

**А. А. СТАРОСТИН
Е. М. ШЛЕЙМОВИЧ
В. Г. ЛИСИЕНКО**

СПЕЦИАЛЬНЫЕ ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Учебное пособие



Министерство образования и науки Российской Федерации
Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б. Н. Ельцина

**А. А. Старостин
Е. М. Шлеймович
В. Г. Лисиенко**

Специальные температурные измерения

Учебное пособие

Рекомендовано методическим советом УрФУ для студентов,
обучающихся по программам бакалавриата
и магистратуры по направлениям подготовки
27.03.04 и 27.04.04 — Управление в технических системах

Екатеринбург
Издательство Уральского университета
2016

УДК 681.51(079)

ББК 32.965я73

С77

Рецензенты: кафедра физики Уральского государственного горного университета (завкафедрой д-р физ.-мат. наук, проф. *И. Г. Коршунов*); д-р физ.-мат. наук, вед. науч. сотр. *П. В. Скрипов* (Институт теплофизики УрО РАН)

Научный редактор — д-р физ.-мат. наук, проф. *Б. П. Жилкин*

Старостин, А. А.

С77 Специальные температурные измерения / А. А. Старостин, Е. М. Шлеймович, В. Г. Лисиенко. — Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2016. — 168 с.
ISBN 978-5-7996-1825-4

В пособии рассмотрены характерные особенности представленных специальных методов измерения температуры и показаны возможности их использования в научных, научно-технических и промышленных исследованиях. Разобраны измерения температур в различных средах и материалах в сложных нетипичных условиях: при малых размерах, сложной структуре и труднодоступности объектов измерений, высоких скоростях изменения температуры, экстремальных значениях параметров объектов и окружающей среды (температур, давлений, скоростей, турбулентных пульсаций и др.), наличии различных излучений и полей.

Библиогр.: 137 назв. Табл. 6. Рис. 47.

УДК 681.51(079)

ББК 32.965я73

ISBN 978-5-7996-1825-4

© Уральский федеральный
университет, 2016

ВВЕДЕНИЕ

В предыдущих учебных пособиях и справочных изданиях [1, 3, 8, 135–137] были определены такие важные понятия, как локальное термодинамическое равновесие, температура и температурные шкалы, а также рассмотрены возможные методы и принципы измерения температур. Подробно был рассмотрен наиболее распространенный на сегодняшний день контактный метод измерения температур в технических системах с использованием термоэлектрических преобразователей и основные положения пирометрии излучения.

В настоящее время назрела необходимость систематизировать и представить в виде учебного пособия разрозненный и практически не освещенный в учебной литературе весьма обширный материал по проведению специальных температурных измерений для самых разных сред и материалов в сложных нетипичных условиях. К последним, например, можно отнести малые размеры, сложную структуру и труднодоступность объектов измерений, высокие скорости изменения температуры, экстремальные значения параметров объектов и окружающей среды (температур, давлений, скоростей, турбулентных пульсаций и др.), наличие различных излучений и полей. При этом часто при проведении специальных температурных измерений (например, в научных экспериментах) предъявляются повышенные требования к точности измерений.

Принципиальная и трудноустраняемая проблема специальных температурных измерений состоит в том, что условия, при которых они проводятся, почти всегда далеки от термодинамического равновесия. Понятие локального термодинамического равновесия, приме-

нимое к большинству реальных процессов тепломассообмена [1], также не всегда может быть обосновано для случаев специальной термометрии (например, для быстрых процессов продолжительностью фемто- и пикосекунды). Таким образом, при проведении некоторых специальных температурных измерений возникает необходимость в дополнительном уточнении самого понятия температуры.

В данном пособии рассмотрены характерные особенности представленных специальных методов измерения температуры и показаны возможности их использования в научных, научно-технических и промышленных исследованиях. Разобраны современные методы специальных экспериментальных исследований и измерения температур в различных средах, в том числе для наноструктурных материалов. Представлены материалы об измерениях температур в СВЧ-диапазоне длин волн электромагнитного излучения, в частности, в измерениях, производимых с помощью радиометров (радиопирометров) различных диапазонов, устанавливаемых на борту самолёта или искусственного спутника Земли, а также определение температуры внутри тела человека по интенсивности теплового радиоизлучения.

Для более углубленного изучения тех или иных специальных методов следует воспользоваться приведенными библиографическими источниками.

1. ПРОБЛЕМЫ И ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ СПЕЦИАЛЬНЫХ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Традиционные температурные измерения, как правило, характеризуются хорошо известными объектами и процессами и отработанными методиками измерений для вполне определенных условий проведения исследований. В отличие от этого, специальные температурные измерения можно охарактеризовать многочисленными сочетаниями самых разнообразных особенностей, часть которых указана во введении. При этом часто при проведении специальных температурных измерений (например, в научных экспериментах) предъявляются повышенные требования к точности измерений.

В своем обзоре [2] А. Н. Магунов привел несколько типичных исследовательских задач, связанных с термометрией в области специальных измерений:

- термометрия для условий, в которых ранее измерения не проводились;
- термометрия объектов, которые ранее не исследовались;
- изучение температурных зависимостей механических, оптических, электрических и других свойств новых материалов;
- определение температурной зависимости скорости физико-химического процесса;
- нахождение оптимальных температурных режимов в новых технологических процессах.

Одна из существенных проблем заключается в том, что, несмотря на большое количество физических явлений, применяемых для термометрии, существует разрыв между возможностями создания методов для решения конкретных задач и реальным уровнем термометрии в исследованиях и технологическом контроле. Этот разрыв проявляется в случае, если в научном исследовании применяются одновременно измерительные методы разного качества, причем методы термометрии, как правило, значительно уступают другим в точности, надежности и трудоемкости измерений. Так, контактные методы термометрии поверхности несовместимы по производительности, трудоемкости и точности измерений с современными методами диагностики, применяемыми для исследований в микротехнологии. Сдерживает проведение температурных измерений и то обстоятельство, что количество новых объектов, температуру которых необходимо измерять, растет существенно быстрее, чем количество разработанных и доведенных до практического применения методов и устройств термометрии. Растет количество технологических операций, в которых необходимо не только наблюдение за температурой, но и автоматизированное управление температурным режимом. Традиционные методы термометрии часто являются неэффективными при решении новых задач, поскольку оказываются за пределами своей области применимости.

Следует также иметь в виду, что и в своей обычной области применимости традиционные методы термометрии (как контактные, так и бесконтактные) обладают хорошо известными ограничениями [3]. Так, при измерении температуры поверхности наиболее распространенными контактными термометрами — термоэлектрическими преобразователями — для достижения теплового равновесия необходимо обеспечить надежный тепловой контакт между датчиком и объектом и хорошую термоизоляцию датчика от окружающей среды (тепловое сопротивление между датчиком и объектом должно быть намного меньше, чем тепловое сопротивление между датчиком и окружающей средой). В действительности при проведении технических измерений это условие соблюдается редко.

Как правило, контакт сферического спая термопары с поверхностью сосредоточен на такой малой площади, что тепловое сопротивление контакта может быть сравнимо с сопротивлением утечки тепла от спая. При этом измерения проводятся фактически не в режиме те-

плового равновесия, а в режиме теплового потока, и измеряемая температура относится только к датчику, а не к объекту исследования. Причины, приводящие к погрешностям, достаточно изучены [4, 5], известны также и методы их устранения (например, напыление пленочной термопары на поверхность [6] или приклеивание спая термопары к поверхности [7]). Эти усовершенствования очень трудоемки и резко снижают производительность измерений, поэтому применяются они редко.

При бесконтактном измерении температуры поверхности пирометрами, помимо очевидного требования о наличии радиационного теплового потока от объекта к датчику, необходимо также изолировать датчик от любых других воздействий, искажающих результат измерения. Препятствием для радиационной термометрии (пирометрии) часто являются интенсивное фоновое излучение (например, от нагретых частей установки), прозрачность объекта в регистрируемой области спектра, шероховатость поверхности, наличие на ней разного рода пленок, зависимость коэффициента излучения от длины волны и химических реакций поверхности с окружающей средой [8, 89, 90].

Необходимость теплового равновесия (для контактной термометрии) или селекции теплового потока (для бесконтактной) в системе объект-датчик в ряде случаев затрудняет проведение температурных измерений или делает их невозможными. Достоверность измерения температуры твердых тел с помощью традиционных методов критическим образом зависит от условий теплообмена в системе объект-датчик, а также от уровня посторонних воздействий на чувствительный элемент и канал связи, по которому передается сигнал.

Для устранения этих зависимостей и повышения надежности термометрии при наличии электромагнитных помех интересны методы, в которых сам исследуемый объект играет роль термочувствительного элемента, а его показания непосредственно считываются зондирующим световым пучком. В этом случае полностью устраняется проблема ненадежности теплового контакта между чувствительным элементом и объектом, поскольку наличие контакта оптического пучка с поверхностью определяется визуально, и его надежность не уменьшается со временем из-за вибраций, деформаций, температурных воздействий или химической активности среды. Световой пучок не подвер-

жен влиянию электрических наводок и имеет ряд характерных признаков (длина волны, поляризация, направление распространения, модуляция интенсивности и т.д.), позволяющих достоверно различать его на фоне оптических помех.

В исследовательских лабораториях постоянно создают новые методы термометрии. Создан обширный класс оптических датчиков температуры [9; 10; 91; 134]. Ряд новых методов объединяет общий признак: во всех них применяется зондирующий световой пучок, а термочувствительным элементом является сам исследуемый объект (активная термометрия). При этом транспортировка света может осуществляться как в свободном пространстве, так и с помощью оптического волокна. Появление активной бесконтактной термометрии твердого тела является естественным этапом после длительного развития пассивной бесконтактной термометрии по тепловому излучению объекта (пирометрии). Тем не менее, в последнее время получили развитие новые направления методов пассивной пирометрии, подтвердившие возможность определения термодинамической температуры по спектру собственного теплового излучения при отсутствии априорной информации о радиационных свойствах излучающей поверхности. Это, например, спектральная пирометрия [90–93] и спектрально-статистический метод, разработанный в НИУ МЭИ [94–95].

Создание новых методов во многом было связано с безуспешными попытками использования традиционных методов термометрии в области плазменной микротехнологии. Когда стало ясно, что преодолеть принципиальные ограничения традиционных методов не удастся, появилось большое число работ по созданию и применению методов активной термометрии твердых тел в плазме [11]. Позднее стимулом разработки новых методов стала необходимость термометрии в быстрых термических процессах микротехнологии, где нагрев полупроводниковых подложек проводится излучением мощных газоразрядных ламп (в этих условиях пирометрия неприменима из-за излучения, превышающего тепловое излучение кристалла).

Очевидно, что не существует универсального метода, пригодного для термометрии множества разнообразных объектов в широком диапазоне экспериментальных условий, встречающихся в практике. В самом общем виде достоинства и недостатки различных методов термометрии твердых тел приведены в табл. 1.1.

Таблица 1.1

**Преимущества и недостатки наиболее распространенных методов
термометрии твердых тел [2]**

Метод	Преимущества	Недостатки
Контактная термометрия	<ol style="list-style-type: none"> 1. Простота получения сигнала. 2. Возможность проведения измерений на любой поверхности 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Влияние электрических помех. 2. Трудоемкость установления надежного теплового контакта с поверхностью объекта. 3. Влияние датчика на температуру объекта в области контакта. 4. Невозможность регистрации тепловых полей. 5. Трудности применения для термометрии движущихся объектов. 6. Инерционность измерения. 7. Ограниченный ресурс работы в агрессивных средах
Радиационная термометрия	<ol style="list-style-type: none"> 1. Универсальность метода. 2. Бесконтактное измерение. 3. Широкий диапазон измеряемых температур. 4. Возможность регистрации тепловых полей. 5. Быстродействие 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Отсутствие данных по коэффициентам излучения для многих материалов. 2. Влияние постороннего излучения. 3. Чувствительность к свойствам поверхности. 4. Трудности при термометрии объектов с малым коэффициентом излучения
Лазерная термометрия	<ol style="list-style-type: none"> 1. Высокая помехозащищенность. 2. Бесконтактное измерение. 3. Широкий диапазон измеряемых температур. 4. Высокая чувствительность. 5. Возможность регистрации тепловых полей. 6. Быстродействие 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Узкая специализация методов. 2. Чувствительность к свойствам поверхности. 3. Необходимость калибровки для каждого материала. 4. Сложность оптической схемы некоторых методов

Данные, приведенные в табл. 1.1, позволяют сделать вывод о том, что каждый из методов имеет определенные преимущества перед другими, а также свою сферу применения, в которой эти преимущества имеют значение. Недостатки каждого из методов исключают возможность того, что остальные будут вытеснены из употребления каким-либо одним из них. Расширение диапазона измеряемых температур, повышение точности, быстродействия и удобства применяемых способов и средств термометрии являются основным мотивом создания новых методов и приборов для специальных исследований.

1.1. Специализированные методы измерения температуры для научных исследований

В научных исследованиях количество измеряемых параметров и переменных больше, чем в промышленности (число используемых диагностических методов в научно-исследовательской работе, завершившейся публикацией результатов, в среднем достигает четырех-шести), а упоминание о температуре встречается приблизительно в половине опубликованных статей, относящихся к естественно-научным и техническим областям [2, 20]. В некоторых областях необходимость измерения температуры возникает почти в каждом научном исследовании (например, в области физики плазмы и газового разряда, химической физики, физики твердого тела и многих других разделах физики и химии).

Длительности нестационарных процессов, в которых необходимо исследование температурной динамики, лежат в очень широком интервале, который можно грубо ограничить рамками от 10^{-12} до 10^{-9} с. В наиболее быстрых исследуемых процессах, длящихся в течение фемто- и пикосекунд, само понятие температуры требует существенных уточнений и оговорок, поскольку вещество в таких процессах не находится в состоянии термодинамического равновесия. Пространственное разрешение некоторых методов термометрии составляет <1 мкм (например, для диагностики биологических клеток созданы термопары, диаметр спая которых ~ 1 мкм), однако для решения ряда задач требуется намного более высокое разрешение. С помощью многочисленных методов измеряют температуры в диапазоне от 10^{-4} до $\sim 10^8$ К. В области температур более 1000 К наиболее распространенным ме-

тодом измерения является в настоящее время радиационная термометрия. Для измерений в области ~ 1 К применяются главным образом методы, основанные на температурной зависимости парамагнитных свойств твердых тел [12]. В широком диапазоне температур может использоваться шумовая термометрия, для применения этого метода необходима качественная и чувствительная электронная аппаратура, а регистрируемый сигнал не должен содержать составляющих, происхождение которых имеет нетепловую природу [13].

Десятки лет проводится термометрия газовых и плазменных потоков с высоким временным разрешением (нано- и микросекундный диапазоны) методами лазерной интерферометрии, спектроскопии когерентного антистоксова рассеяния света (КАРС), лазерно-индуцированной флуоресценции, поскольку традиционные методы не обеспечивают такого быстрого действия, какое достигается с помощью импульсных лазеров [14, 15]. При исследованиях тепловых процессов малой длительности на поверхности твердого тела (например, при наносекундном лазерном отжиге полупроводниковых кристаллов после легирования примесями) для термометрии также сразу стали разрабатываться активные методы, основанные на отражении или рассеянии лазерного излучения [16].

В течение нескольких десятилетий одной из основных задач при создании новых технологических приемов в микротехнологии являлось снижение температуры процессов. Эта тенденция, возникшая вместе с микротехнологией, продолжается и в настоящее время. Тем самым все большее число технологических операций выходит из области температур, измерение которых возможно с помощью радиационной термометрии, и остается вне температурного контроля.

В последние годы появились работы, в которых температуру поверхности модулируют внешним источником нагрева (например, лазером) [17]. При этом происходит модуляция интенсивности и спектра теплового излучения, что позволяет более надежно выделить сигнал, связанный с тепловым излучением, на фоне постороннего излучения. Таким образом, достигается увеличение локальности измерений и диапазона регистрируемых температур без дополнительной компрессии сигналов за счет более слабой зависимости амплитуды колебаний от температуры. Указанный метод не позволяет, однако, существенно увеличить интенсивность теплового излучения без заметного возмущения измеряемой величины.

Контактные измерения с электрическим считыванием (термопара и т. д.) заметно осложняются, когда объект находится под высоким потенциалом относительно земли или подвергается воздействию высокочастотных электромагнитных полей. Такие условия измерений типичны для плазменных или пучковых процессов микротехнологии (осаждение тонких пленок, травление микроструктур, ионная имплантация полупроводников и т. д.). Датчик приходится экранировать, но при этом изменяются условия теплообмена с исследуемым объектом, появляется систематическая погрешность, увеличивается постоянная времени.

Для специальных задач получил распространение термолюминесцентный датчик с волоконно-оптической линией связи, в котором сигнал о температуре чувствительного элемента переносится к регистрирующему прибору световым потоком. Например, измеряется длительность послесвечения небольшого активного элемента из стекла с неодимом, возбуждаемого ИК излучением мощного светодиода [18]. В другом датчике измеряется отношение интенсивностей люминесценции двух участков спектра элемента из оксисульфида европия или лантана при его возбуждении ультрафиолетовым излучением. В этих случаях влияние электрических помех полностью исключено, поскольку отсутствует гальваническая связь между чувствительным элементом и регистрирующим прибором. С помощью таких термометров были получены некоторые важные результаты, касающиеся термостабилизации подложек в плазмохимическом реакторе, теплопереноса на границе раздела плазма-поверхность, влияния экзотермического эффекта плазмохимической реакции на ее скорость. Однако проблема, связанная с установлением теплового контакта датчика с объектом, здесь остается нерешенной: воспроизводимость результатов измерений критическим образом зависит от воспроизводимости теплового контакта датчика с поверхностью [4, 5].

Нанесение термочувствительных красителей, жидких кристаллов или люминофора непосредственно на исследуемую поверхность не только исключает электрические помехи, но и полностью решает проблему теплового контакта. Такой способ можно применять для термометрии в случаях, когда свойства поверхности не влияют на теплообмен (например, при атмосферном давлении, когда лимитирующей стадией теплообмена является перенос энергии через пограничный слой) [19]. Если же наличие дополнительного слоя изменяет

характеристики теплообмена (например, коэффициент тепловой accommodation энергии налетающих частиц при низких давлениях), нанесение термочувствительных материалов на поверхность теряет смысл, поскольку здесь процесс измерения существенно влияет на исследуемое явление.

Трудоемкость исследования увеличивается из-за того, что необходимо наносить слой термочувствительного материала на изучаемую поверхность. Поэтому метод термометрии с применением термочувствительного слоя не слишком удобен для проведения систематических исследований и совсем не годится для технологического контроля (из-за наличия дополнительной операции). Однако этот метод ясно указывает на перспективное направление дальнейших исследований и разработок при создании методов термометрии: необходимо избавиться от любых промежуточных термопреобразователей, сам изучаемый объект должен выполнять роль термочувствительного элемента, показания которого считываются световым пучком. Именно такой подход получил широкое распространение в последнее десятилетие.

В настоящее время быстро развивается группа методов термометрии, основанных на измерении температуры твердого тела с помощью внешнего зондирующего излучения [2]. В этих методах не требуется установление теплового контакта, а наличие оптического контакта светового пучка с поверхностью в буквальном смысле очевидно. Кроме того, отсутствует гальваническая связь и сопряженные с ней помехи при измерениях в плазме и т. д. С помощью таких методов появилась возможность проводить десятки или сотни измерений в день, в каждом измерении используя новый образец (что было недоступно при использовании термопар, каждую из которых необходимо прикреплять к образцу). Температурная чувствительность большинства из созданных методов оказалась сравнимой с чувствительностью традиционных методов, а некоторые новые методы имеют чувствительность, на один-два порядка более высокую, чем термопара или терморезистор. Таким образом, после длительных попыток усовершенствовать традиционные методы измерения, наступил этап разработки специализированных методов, при этом трудность их создания компенсируется удобством проведения экспериментов. По производительности и точности измерений достигнут уровень, характерный для современных оптических методов диагностики.

Согласно [2] идеальный метод термометрии, предназначенный для измерений в сложных экспериментальных условиях, должен обладать следующими свойствами:

- отсутствует необходимость в тепловом равновесии чувствительного элемента (датчика) с объектом, т. е. не нужен тепловой контакт датчика с поверхностью;
- отсутствует гальваническая связь датчика с регистрирующим прибором, что устраняет электромагнитные помехи при измерениях;
- результат измерения не зависит от наличия или отсутствия фонового излучения любой интенсивности в реакторе и от состояния оптических окон;
- температурная чувствительность не ниже, чем у традиционных методов;
- величина измеряемого сигнала достаточна для надежной регистрации и не изменяется существенно в широком диапазоне температур;
- высокое быстродействие позволяет проводить измерения нестационарных температур поверхности в импульсных процессах;
- возможны как локальные измерения, так и термография поверхностей;
- возможна термометрия любых материалов (металлов, полупроводников, диэлектриков) независимо от состояния поверхности (шероховатость, тонкие пленки и т. д.); возможно применение как для единичных, так и для рутинных измерений;
- метод может применяться для термометрии как неподвижных, так и движущихся объектов.

Создание универсального метода, объединяющего все перечисленные свойства, является трудной и, вероятно, неосуществимой задачей. Однако группа специализированных методов термометрии из рассмотренных далее примеров представляет собой в целом хорошее приближение к решению задачи, что и делает эти методы наиболее перспективными именно для применения в специальных исследованиях.

2. КОНТАКТНЫЕ МЕТОДЫ

2.1. Методы на основе световодов

2.1.1. Волоконно-оптические точечные датчики

Приборы, получившие наименование оптических датчиков, и, в частности, оптические датчики, в которых применяются волоконные световоды (световодные датчики), в настоящее время разрабатывают и изготавливают во многих странах мира [9, 21]. Уже созданы и производятся сотни типов световодных датчиков самого различного назначения и оптических сенсорных устройств, включая принципиально новые типы высокочувствительных волоконно-оптических гироскопов.

Оптические датчики обладают многими весьма ценными качествами. Они могут быть нечувствительными к влиянию электромагнитных помех, работать в условиях высокой взрыво-и пожароопасности, иметь малые размеры и массу, использоваться для дистанционных измерений, а также, что очень важно при современном состоянии разработки оптических компьютеров, легко и просто стыковаться с оптическими процессорами.

Для широкого развития промышленного производства световодных датчиков и сенсорных устройств большое значение имеет то обстоятельство, что их изготавливают, в основном, на той же элементной базе, что и быстро развивающиеся волоконно-оптические системы связи.

Световодные устройства для регистрации температуры могут состоять как из трех, так и из двух основных элементов, соединенных между

собой волоконными световодами. В первом случае такими элементами являются отдельный источник излучения, датчик и фотоприемник. Во втором случае функции источника излучения и датчика могут быть совмещены. В некоторых конструкциях роль датчика может выполнять участок световодной линии, соединяющей источник излучения с фотоприемником.

Световодные устройства для регистрации температуры, рассчитанные на сравнительно невысокую точность измерений, например $\pm 1^\circ\text{C}$, чаще всего строятся по принципу амплитудной модуляции или на основе использования модуляции состояния поляризации света. Наиболее прецизионные устройства содержат датчики с фазовой модуляцией.

2.1.1.1. Датчики амплитудной модуляции

Амплитудная модуляция излучения (непосредственная модуляция по интенсивности) наиболее удобна для дальнейшей обработки выходного сигнала оптического датчика. Большинство схем амплитудной модуляции не требует использования когерентного излучения, но следует отметить, что некоторые из них реализуемы лишь при работе с поляризованным излучением. Схемы амплитудной модуляции не предъявляют практически никаких специальных требований ни к источнику, ни к приемнику излучения и не нуждаются в дополнительной схеме, обрабатывающей выходной сигнал датчика, так как амплитудно-модулированный сигнал непосредственно регистрируется с помощью обычного фотоприемника.

Амплитудная модуляция оптического сигнала может быть осуществлена за счет:

- 1) непосредственного ослабления света в среде при изменении коэффициента поглощения;
- 2) изменения поперечного сечения оптического канала;
- 3) изменения отражательной (поглощательной) способности при вариации показателя преломления, в том числе нарушения полного внутреннего отражения;
- 4) при изменении оптической связи волноводов;
- 5) получения дополнительного излучения при воздействии измеряемого физического фактора.

Для создания амплитудных датчиков температуры с переменным поглощением можно использовать полупроводниковые материалы, располагаемые между излучающим и приемным торцами волокон-

ных световодов. Изменение поглощения оптического излучения полупроводником происходит в результате сдвига края полосы поглощения материала при воздействии на него электромагнитных полей или температуры. К материалу полупроводника предъявляется требование большой крутизны края собственного поглощения материала. Наиболее сильно этот эффект проявляется в арсениде галлия. Так, использование полупроводниковой прослойки из GaAs или CdTe между торцами световодов, по которым распространялось излучение с длиной волны $\lambda = 880 \pm 150$ нм, позволило создать датчик температуры для диапазона $-10 \div +300$ °С при точности около ± 10 °С с временем отклика 2 с. Достоинством таких датчиков являются малые габариты.

Светогенерационные датчики используют излучение, которое индуцировано в образующем его материале при тепловом, оптическом или радиационном воздействии. Так, в температурных датчиках непосредственно используется излучение, которое возникает в некоторой нагретой области волоконных световодов. Преимущество такого датчика в том, что для его работы не требуется никакого источника (лазера, светодиода) и температура горячей точки определяется вне зависимости от места ее расположения. Даже очень чистые стекла, используемые в световодах для оптической связи, имеют заметные абсорбционные потери в средней инфракрасной (ИК) области, где сосредоточена наибольшая часть теплового излучения для температур 100–1000 °С. Излучаемая мощность на всех длинах волн очень сильно возрастает с температурой. С помощью германиевого фотоприемника, используемого для регистрации излучения с длинами волн 1,0–1,8 мкм, можно определять температуры до 80 °С (нижняя граница), если использовать специальные световоды. Обычные волоконные световоды пригодны для измерения температур от 135 до 725 °С.

Волоконно-оптические датчики могут с успехом применяться в системах контроля температуры объектов: удаленных, труднодоступных или находящихся в поле сильных электромагнитных помех. Большие возможности для снижения нижней границы диапазона измеряемых температур объектов (вплоть до 100 К) открывает использование волоконных световодов на основе флюоридных и халькогенидных стекол, а также кристаллов KPC5, AgCl, Csl и др. Это связано с тем, что световоды из перечисленных материалов могут быть достаточно прозрачными в ИК области спектра (3–25 мкм) и могут передавать для последующего детектирования тепловое излучение слабо нагретых тел.

Светогенерационные датчики отличаются простотой конструкции, не требуют источника излучения (лазера, светодиода). Недостатком их является ограниченная область применения, охватывающая измерение температуры по длине световода и определение координаты наиболее горячей точки. Для этих датчиков иногда необходимы и специальные световоды.

2.1.1.2. Волоконно-оптические датчики фазовой модуляции

Наиболее чувствительные датчики, использующие оптическое излучение, могут быть построены на основе схем, регистрирующих изменения фазы электромагнитной волны, распространяющейся по оптическому каналу. Эти изменения возникают при внешнем воздействии на материал канала и регистрируются интерферометрическим методом при наложении сигналов измерительного и контрольного каналов. Техника оптической интерферометрии позволяет фиксировать изменение фазы колебания вплоть до 10^{-8} рад. Поскольку используются оптические сигналы с длинами волн порядка микрометра, можно регистрировать ничтожно малые изменения оптической длины канала.

В общем случае изменение фазы $\Delta\varphi$, обусловленное внешним воздействием на световод, складывается из изменения постоянной распространения волны β и изменения его длины L :

$$\Delta\varphi \approx \beta \cdot \Delta L + L \cdot \Delta\beta. \quad (2.1)$$

В свою очередь $\Delta\beta$ зависит от разности показателей преломления сердцевины и оболочки световода Δn , а также от поперечных геометрических размеров и для световода с радиусом сердцевины α равно:

$$\Delta\beta = \frac{\Delta n \partial\beta}{\partial n} + \frac{\Delta\alpha \partial\beta}{\partial \alpha}. \quad (2.2)$$

В ряде случаев приложение механического напряжения вызывает незначительные изменения поперечного сечения световода и его показателей преломления. Основной вклад в изменение фазы вносит изменение длины световода. Изменение таких внешних воздействий, как температура, давление, магнитное поле, частота вращения витка световода и т. д., также приводит к изменению фазы колебания.

Датчики фазовой модуляции строятся по одной из следующих наиболее распространенных схем:

- на основе гомодинного и гетеродинного интерферометра Маха-Цендера;

- на основе межмодовых интерферометров;
- на основе одноволоконного интерферометра Саньяка с двуправленной оптической связью;
- на основе схемы интерферометра Фабри-Перо и Майкельсона.

В зависимости от технической реализации интерферометра Маха-Цендера фазовые датчики на его основе могут быть оптическими, волоконно-оптическими или интегрально-оптическими.

Фазовые интерферометрические датчики пригодны для измерения температуры. Индуцируемый температурой T фазовый сдвиг на единицу длины световода может быть определен с помощью формулы:

$$\frac{d\varphi}{LdT} = k_0 \left(\frac{1}{k_0} \frac{\partial(k_0 n)}{\partial \alpha} \frac{\partial \alpha}{\partial T} + \frac{\partial n}{\partial T} + \frac{n}{L} \frac{\partial L}{\partial T} \right), \quad (2.3)$$

где α — радиус сердцевины волоконного световода, $k_0 = 2\pi/\lambda$ — волновое число. Первое слагаемое здесь описывает чувствительность фазы к изменению температуры за счет вариации поперечного сечения световода и связанного с этим изменения его эффективного показателя преломления. Второе и третье слагаемые описывают вклад в термочувствительность температурных изменений показателя преломления n и длины световода L . Анализ показывает, что основной вклад в изменение фазы вносят температурные изменения показателя преломления n .

Температурный интерферометрический датчик может быть реализован на одномодовом световоде, например, с диаметром сердцевины 5 мкм и разностью длин плеч 2 см, что допускает гомодинную демодуляцию сигнала.

Нагрев одного из плеч интерферометра может осуществляться за счет пропускания тока через алюминиевое покрытие, нанесенное на световод. Хотя теплопроводность материала световода низка, из-за малости его размеров такой датчик может отслеживать изменения температуры с частотой до сотен герц. Поскольку изменение температуры световода может быть обусловлено джоулевыми потерями электрической энергии в алюминиевом покрытии, такой элемент может служить датчиком электрического тока. Минимально детектируемый им ток на частоте 10 Гц составляет примерно $5 \cdot 10^{-6}$ А при длине подвергающейся воздействию части световода 1 м. Среди различных типов фазовых датчиков на основе гомодинного интерферометра Маха—Цендера следует отметить также преобразователи, совмещенные с системой линз, которые обеспечивают построение графических образов, и дат-

чики, использующие в качестве контрольного плеча адаптивную голограмму.

В интегрально-оптическом исполнении оба плеча интерферометра Маха—Цендера изготавливаются в виде полосковых волноводов (чаще всего из материала Ti: LiNbO_3), что позволяет объединить несколько элементов на одной подложке, повышая степень их надежности и повторяемости. В датчике температуры плечи интерферометра изготавливаются разной длины, что достаточно просто реализовать в интегральном исполнении. Фазовый сдвиг, возникающий в каждом из плеч при вариациях температуры, будет пропорционален их длине, и, следовательно, результирующий выходной сигнал будет изменяться с периодом, пропорциональным разности длин плеч интерферометра. Такой датчик способен регистрировать температуры до 700°C с разрешающей способностью $2 \cdot 10^{-3}^\circ\text{C}$.

В целом фазовые (интерферометрические) датчики являются весьма сложными оптическими преобразователями, практическая реализация которых в определенной мере сдерживается наличием фазовых шумов, возникающих из-за ухода частоты излучения лазерных источников и изменений эффективной длины пути оптических лучей в контрольном плече интерферометра.

2.1.1.3. Поляризационные датчики

При прохождении излучения через оптические среды состояние поляризации может меняться, причем это изменение зависит от внешнего воздействия на оптическую среду магнитного и электрического полей, давления и т. п. Состояние поляризации может изменяться в результате индуцированного вращения эллипсоида поляризации излучения или индуцированного двулучепреломления. Указанные зависимости являются основой для построения поляризационных датчиков.

Изменение оптической активности материалов под действием температуры лежит в основе действия поляризационного датчика температуры. Такой датчик состоит из источника когерентного излучения, которое вводится в многомодовый (или одномодовый) световод, подводящий излучение к собственно оптическому датчику. Выходящее из световода излучение коллимируется и поляризуется, а затем проходит через оптически активную среду, например кварц, которая поворачивает плоскость поляризации излучения на угол α_T . Угол

поворота α_T (для кварца) линейно зависит от температуры. Длина кварцевого блока может составлять 1–2 см. Поляризационно-вращательный датчик показывает хорошую линейность функции преобразования в диапазоне температур 20–180 °С и позволяет измерять температуру с точностью 2 °С в условиях сильных электрических и магнитных полей.

2.1.2. Распределенные оптоволоконные датчики

Несколько физических механизмов способствуют созданию распределенных волоконных датчиков [22, 23]. Простейшим из них является использование волоконной брэгговской решетки, представляющей собой отрезок волоконного световода с периодическим изменением показателя преломления его сердцевины. Период решетки примерно равен длине волны излучения (~ 1 мкм для большинства используемых в настоящее время брэгговских решеток).

Технология изготовления волоконных брэгговских решеток в настоящее время хорошо отработана, изменение показателя преломления в сердцевине волоконного световода осуществляется, как правило, в специальных (фоточувствительных) волоконных световодах при облучении ультрафиолетовым излучением с длиной волн 244 или 193 нм. Рассмотрим принцип работы датчика температуры и (или) деформаций на основе брэгговской решетки (см. рис. 2.1). В волоконный световод с записанной в нем брэгговской решеткой вводится излучение, имеющее достаточно широкую спектральную полосу, и измеряется длина волны отраженного от брэгговской решетки излучения

$$\lambda_{\text{отр}} = 2n\Lambda, \quad (2.4)$$

где n — показатель преломления сердцевины, Λ — период брэгговской решетки. Если температура световода изменяется, то изменяется и период брэгговской решетки за счет температурного расширения материала и длина волны отраженного света $\lambda_{\text{отр}}$. Измеряя изменение $\lambda_{\text{отр}}$, можно вычислить изменение температуры. Таким же путем определяется деформация волоконного световода, изменяющая период брэгговской решетки. Точность измерения температуры и деформаций с помощью датчика на основе волоконных брэгговских решеток составляет 0,1–1,0 °С и 0,1–1000 микрострейн соответственно (1 микрострейн соответствует сдвигу длины волны излучения 10^{-12} м).

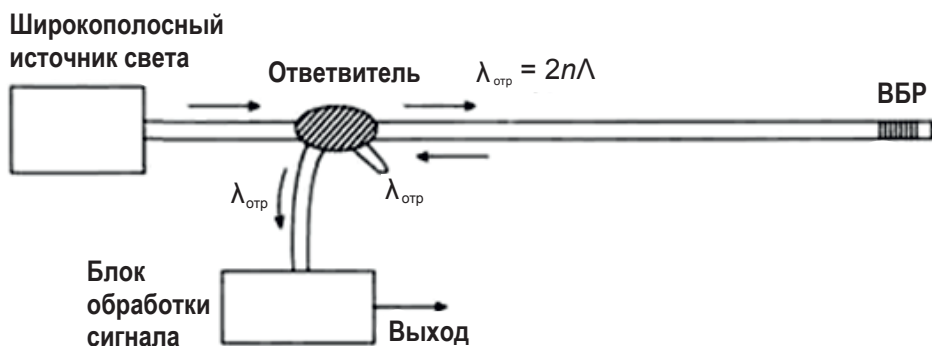


Рис. 2.1. Принцип работы датчика температуры на основе волоконных брэгговских решеток (ВБР)

Если в качестве датчика используется волоконный световод с распределенными по его длине брэгговскими решетками, то можно измерить распределение температуры по объекту.

В последние годы для измерения распределения температуры в волокне используются методы, основанные на эффектах комбинационного рассеяния (КР, эффект Рамана) и на эффекте рассеяния Мандельштама-Бриллюэна (РМБ). Датчики на основе КР были впервые продемонстрированы в 80-х гг. XX в. В более поздние годы с помощью использования эффекта РМБ удалось расширить динамический диапазон анализаторов распределения температуры и напряжения в волокне в сравнении с аналогичными приборами, работающими на основе КР. На рис. 2.2 схематично изображен спектр рассеянного излучения при прохождении по световоду узкополосного оптического сигнала с длиной волны λ_0 . Видно, что изменение температуры волокна влияет на спектральные компоненты как Рамановского, так и Бриллюэновского рассеяния в нем.

Механизмы КР и РМБ отличаются друг от друга спектральными характеристиками рассеянного света. Эффект КР обусловлен присутствием в среде термических молекулярных колебаний. Соответственно, отраженный (Рамановский) сигнал содержит информацию о температуре в точке рассеяния. Рамановское излучение состоит из двух спектральных компонент, смещенных по частоте относительно исходного сигнала. Амплитуда антистоксовой компоненты сильно зависит от температуры волокна, в то время как амплитуда стоксовой компоненты практически не зависит от температуры. Эти две

частоты выделяются из отраженного сигнала с помощью фильтрации, после этого находится отношение их спектральных интенсивностей, которое и позволяет определить температуру в точке рассеяния. Поскольку мощность Рамановского излучения очень мала, в качестве чувствительного элемента используются многомодовые волокна с большой апертурой. Такие волокна обладают высоким коэффициентом затухания, и длина кабеля, таким образом, ограничена величиной 10 км.

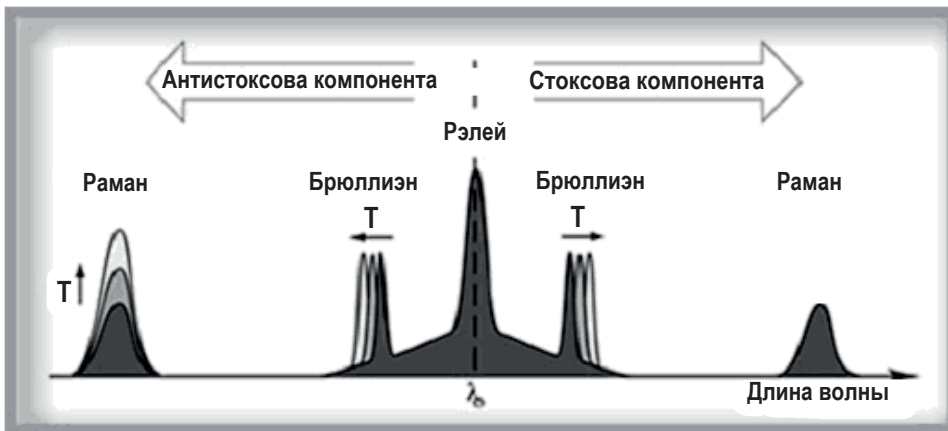


Рис. 2.2. Схематично представлен спектр рассеянного излучения при прохождении по световоду узкополосного оптического сигнала. Изменение температуры волокна влияет на спектральные компоненты как Рамановского, так и Бриллюэновского рассеяния в нем

Бриллюэновское рассеяние в световодах возникает в результате взаимодействия излучения с акустическими волнами (звуковыми волнами) гигагерцового диапазона. Этот эффект можно рассматривать как дифракцию света на движущейся решетке, созданной акустической волной. Таким образом, отраженный сигнал испытывает доплеровский сдвиг по частоте, поскольку решетка движется со скоростью звука. Скорость звука напрямую связана с плотностью материала и зависит как от его температуры, так и от внутреннего механического напряжения. В результате величина частотного Бриллюэновского сдвига несет информацию о температуре и напряжении в точке рассеяния.

Таким образом, в датчиках на основе РМБ измеряется частота, в датчиках на основе ВКР — интенсивность отраженного сигнала. Частотные измерения можно осуществить с высокой точностью, в то время как интенсивность рассеянного излучения подвержена случайным

флуктуациям. Поэтому датчики температуры, использующие эффект РМБ, обладают лучшей точностью и стабильностью во времени.

Эффект РМБ может значительно усиливаться, если в световод наряду с основным сигналом (сигналом накачки) ввести так называемый пробный сигнал. При выполнении условия резонанса, когда разность частот излучения накачки и пробного сигнала в точности равна Бриллюэновскому сдвигу частоты, мощность рассеянного излучения существенно усиливается (эффект вынужденного рассеяния Мандельштама — Бриллюэна (ВРМБ)). Частота пробного сигнала, при которой выполняется условие резонанса, зависит от температуры и внутреннего механического напряжения в оптическом волокне. За счет увеличения мощности рассеянного сигнала улучшается отношение сигнал-шум в выходных данных. Это, в свою очередь, значительно снижает время измерения температуры в точке рассеяния. В датчиках, основанных на эффекте РМБ, применимы только одномодовые световоды.

Определение места, в котором измеряется температура, происходит на основе технологии, схожей с применяемой в радарных установках (рефлектометрия). В световод запускаются лазерные импульсы, и характеристики рассеянного излучения записываются как функции времени. При известном значении скорости света можно вычислить температуру волокна в зависимости от расстояния (температурный профиль). Пространственное разрешение таких измерений определяется длительностью импульса (например, импульсы длительностью 10 нс задают точность измерения расстояния, равную 1 м). Благодаря высокому значению скорости света в течение 1 секунды можно измерить распределение температуры в кабеле длиной несколько километров.

Рамановские датчики, как уже было сказано ранее, хорошо работают с многомодовыми волокнами, но длина контролируемого участка кабеля ограничена величиной порядка 10 километров. Бриллюэновские датчики используют только одномодовые волокна, что позволяет охватывать измерениями кабели длиной до 50 километров. Оба вида датчиков позволяют определять температуру с точностью около 1 °С при правильно заданном времени измерения. Датчики на основе ВРМБ лучше подходят для быстрых измерений, поскольку обладают большим соотношением сигнал-шум. Бриллюэновские датчики позволяют измерять распределение температуры и механического напряжения в волокне, в то время как Рамановские — только распределение температуры.

2.1.3. Пример распределенной системы для определения мест утечки в трубопроводах с помощью контроля температуры вдоль волоконно-оптического кабеля

Для определения местоположения утечек жидкости или газа в трубопроводах, хранилищах, на плотинах и дамбах очень удобно и эффективно использовать информацию о распределении температуры вдоль оптического волокна, расположенного на контролируемом объекте [24]. Для определения температуры световода были разработаны и используются различные методы, в основе которых лежит измерение свойств оптического волокна с помощью временной рефлектометрии. Такие датчики позволяют контролировать участки кабеля длиной в несколько десятков километров.

Рассмотрим основные преимущества волоконно-оптических датчиков температуры (ВОДТ) на основе эффекта рассеяния Мандельштама — Бриллюэна в световоде. В качестве примера приведена система мониторинга утечек трубопровода длиной 55 километров. Проект был реализован компанией GESO. Утечки нефти и газа из трубопроводов представляют серьезную опасность для людей и окружающей среды. Являясь важной составляющей процесса эксплуатации трубопровода, локализация места утечки всегда представляла собой сложную задачу.

В последние несколько лет развитие получили системы, измеряющие распределение температуры вдоль волоконно-оптического кабеля. В таких системах в качестве датчика температуры выступает оптическое волокно. Подобные датчики позволяют с большой эффективностью решать задачу определения мест утечек в трубопроводах. Для локализации используется метод, схожий с технологией оптической временной рефлектометрии (OTDR). Температура световода в определенной точке определяется путем анализа параметров излучения комбинационного рассеяния (КР или Рамановского рассеяния), либо рассеяния Мандельштама — Бриллюэна (РМБ). Первыми были предложены и проверены на практике системы, использующие эффект КР. Датчики на основе эффекта РМБ впервые появились в начале 90 гг. XX в., причем было показано, что они позволяют охватывать более длинные участки трубопровода.

Для обеспечения наилучшего режима транспортировки нефти производят ее нагрев до определенной температуры. Соответственно, при возникновении утечки в нефтепроводе температура почвы вокруг него увеличивается. В случае сжиженного природного газа утечка сопрово-

ждается понижением температуры окружающей среды. Это обусловлено проявлением эффекта Джоуля — Томпсона при расширении газа. Таким образом, отслеживая температуру среды вблизи трубопровода, можно эффективно определять места появления утечек в нем.

Малая величина оптических потерь, испытываемых излучением при прохождении по волокну, а также геометрические особенности строения световода делают оптическое волокно идеальным инструментом для наблюдения за состоянием протяженных магистралей. Последние разработки в области оптической временной рефлектометрии обеспечивают непрерывное измерение распределения температуры вдоль волоконного кабеля.

За последние 30 лет были разработаны различные типы волоконно-оптического кабеля, устойчивого к механическим и химическим воздействиям. Кабель может состоять из нескольких волокон, его можно прокладывать непосредственно в почве, а также фиксировать внутри бетона. Оптическое волокно работоспособно в широком диапазоне температур (от -50°C до $+80^{\circ}\text{C}$), выдерживает напряжение на разрыв свыше 75 МПа. Это свойство волокна особенно удобно для измерения температуры. Волоконный кабель абсолютно не чувствителен к электромагнитным возмущениям, не подвержен коррозии и рассчитан на срок службы свыше тридцати лет. Прокладка кабеля в качестве чувствительного элемента возле трубопровода намного проще и дешевле по сравнению с установкой большого количества точечных датчиков.

Для организации системы обнаружения утечек в трубопроводе с солевым раствором длиной 55 км было выбрано оборудование DiTeSt компании Omnisens. DiTeSt — новый высокотехнологичный прибор для мониторинга температуры и механического напряжения, принцип действия которого основан на эффекте ВРМБ (см. рис. 2.3). В качестве источников пробного сигнала и сигнала накачки используется один и тот же лазер и высокоскоростной электрооптический модулятор, что значительно улучшает стабильность работы системы во времени. Для увеличения отношения сигнал—шум выходного сигнала и уменьшения времени измерения можно настраивать мощности пробного излучения и излучения накачки. Частотный сдвиг между накачкой и пробным сигналом регулируется частотой модуляции с точностью 0,001 %. Величину частотного сдвига можно менять в пределах диапазона Бриллюэновских частот (от 10,5 до 11 ГГц в зависимости от типа волокна).



Рис. 2.3. Анализатор Omnisens DiTeSt для измерения распределенной температуры и механического напряжения вдоль оптического волокна

Спектральное распределение амплитуды взаимодействия пробного сигнала и сигнала накачки прописывается в каждой точке контролируемого участка кабеля. По частоте, на которой происходит наиболее интенсивное взаимодействие, определяется величина Бриллюэновского сдвига, несущая информацию о температуре в точке измерения.

Точность измерения температуры с помощью аппаратуры DiTeSt составляет 1°C (с уровнем надежности 3σ). Пространственное разрешение составляет 1 м на первых 10 км кабеля и 2 м вплоть до 25 км. Датчик позволяет задавать до 50000 точек выборки с минимальным интервалом между ними 0,1 м. Время проведения одного измерения (снятия распределения профилей частотного отклика вдоль всего кабеля) составляет от 30 секунд до 5 минут в зависимости от числа точек выборки. В анализаторе DiTeSt предусмотрен автоматический режим работы. В этом режиме прибор самостоятельно производит диагностику, рестарт и перезагрузку программного обеспечения в случае аварийной ситуации. DiTeSt поддерживает два независимых канала измерений за счет интегрированного оптического переключателя.

В 2002 году возле Берлина было начато сооружение хранилища природного газа на глубине 1500 метров под землей. В пласте каменной соли осуществлялось бурение подземных пещер, предназначенных для хранения газа. Для осуществления подобного проекта требуется использование горячей воды, в результате чего образуется большое количество насыщенного солевого раствора. В большинстве случаев

этот раствор приходится транспортировать с помощью трубопровода до места, где его можно либо использовать на нужды химической промышленности, либо утилизировать. Поскольку в случае утечки солевой раствор может причинить значительный ущерб окружающей среде, трубопровод необходимо оснащать соответствующей системой мониторинга утечек в нем.

В ходе Берлинского проекта был построен трубопровод длиной 55 км. С немецкой компанией-интегратором был заключен договор на разработку и установку системы обнаружения утечек. Для того чтобы охватить всю длину трубопровода, потребовалось два анализатора DiTeSt, хотя теоретически было бы достаточно одного. Дело в том, что при прокладке волоконного кабеля было сделано около 60 сварок, что соответствует 3 дБ дополнительных потерь в оптическом тракте. Эти потери привели к уменьшению эффективной длины трубопровода, охватываемой одним прибором, и стали причиной необходимости использовать две системы. В качестве чувствительного элемента был использован стандартный армированный телекоммуникационный волоконный кабель для применения в грунте. Часть световодов из кабеля использовалась для измерения температуры, часть — для обмена данными между датчиками и центром контроля, остальные оставались незадействованными. На этапе строительства волоконный кабель был уложен в ров в десяти сантиметрах ниже трубопровода и засыпан песком. Расположение кабеля по отношению к трубопроводу критично для гарантии обнаружения всех утечек и, как правило, является компромиссом между максимальной чувствительностью при наличии течи и возможностью осуществлять контроль по всей окружности трубы.

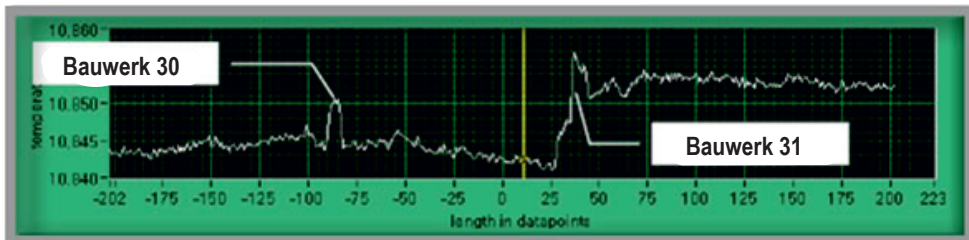
Для управления системой контроля утечек немецкой компанией-интегратором было разработано специальное программное обеспечение, установленное на главный компьютер и работающее в непрерывном режиме. Обнаружение утечек осуществлялось путем сравнения записанных в разные моменты времени температурных профилей и отслеживания необычных случаев изменения распределения температуры вдоль оптического кабеля. Данное программное обеспечение в автоматическом режиме составляло отчеты, выдавало сигналы тревоги, периодически осуществляло перезагрузку системы и практически не требовало обслуживания.

Солевой раствор выкачивался из подземных пещер в Рудерсдорфе и поступал в трубопровод при температуре 35 °С. При нормальном режи-

ме транспортировки перепад температур вдоль всей магистрали составлял около 8°C . Поскольку трубопровод находился под землей на глубине 2–3 метра, сезонные колебания температуры незначительно влияли на процесс измерения. Температура почвы составляла около 5°C , и ее существенное увеличение связано с наличием утечек солевого раствора.

Сооружение магистрали было закончено в ноябре 2002 года, а в январе 2003 года началась ее эксплуатация. В июле 2003 года система мониторинга обнаружила первую утечку. Позже выяснилось, что утечка произошла в результате неосторожных действий в ходе земляных работ, производившихся рядом с трубопроводом. На рис. 2.4 представлен эффект воздействия утечки на температурный профиль в оптическом кабеле. На мониторе главного компьютера в центре управления в Рудерсдорфе показана величина Бриллюэновского сдвига в зависимости от расстояния до точки измерения. Обнаруженное системой мониторинга локальное повышение температуры (около 8°C) соответствует месту утечки солевого раствора в трубопроводе.

Профиль температуры до возникновения утечки



Профиль температуры в момент возникновения утечки



Рис. 2.4. Профиль температуры, измеренный до возникновения утечки и после, на расстоянии 17970 м от станции закачки в трубопровод солевого раствора. Вертикальная шкала соответствует частоте Бриллюэновского сдвига в ГГц. Обнаруженное системой мониторинга локальное повышение температуры (около 8°C) соответствует месту утечки солевого раствора

Волоконно-оптические датчики распределенной температуры постепенно находят все новые применения в области гражданского строительства, нефтегазовой отрасли, системах пожарной безопасности и т. д. Возможность точного измерения эволюции температурного профиля вдоль нескольких десятков километров волоконного кабеля с пространственным разрешением 1 м делает такие датчики очень удобными и эффективными для использования в системах обнаружения утечек. Подобная система позволяет отслеживать утечки из трубопровода со скоростью порядка 50 мл/мин. На сегодняшний день наилучшие характеристики (динамический диапазон, точность, время измерения) демонстрируют датчики, принцип действия которых основан на эффекте рассеяния Мандельштама — Бриллюэна.

2.2. Автономные мини-регистраторы температуры

Термометр DS1921L-F5X представляет собой миниатюрное устройство для контроля температуры объектов, продуктов или химикатов, критичных к температуре, с возможностью записи измеренных значений в защищенную область памяти [25]. Измерение температуры и запись ее в память производится с интервалом времени, задаваемым пользователем. Запись в память осуществляется как в виде непосредственного значения с инкрементом адреса памяти, так и в виде гистограммы. Термометр DS1921L-F5X допускает хранение до 2048 значений температуры, записанных через равные интервалы от 1 до 255 минут. Если температура выходит за пределы диапазона, установленного пользователем, то прибор фиксирует время, когда это произошло, продолжительность этого события, а также позволяет различить, какой порог был преодолен. В общей сложности, могут фиксироваться до 24 таких событий, по 12 для каждого из температурных порогов. Дополнительное ОЗУ, независимое от памяти для записи температуры, позволяет хранить информацию, относящуюся к контролируемому объекту. В ОЗУ прибора может также храниться информация о дате изготовления, фирме-изготовителе и т. п. Уникальный регистрационный номер и несбрасываемый счетчик позволяют определить попытки несанкционированного доступа к микросхеме.

Блок-схема регистратора DS1921L-F5X представлена на рис. 2.5. Регистры часов и управления защищены от записи при программировании.

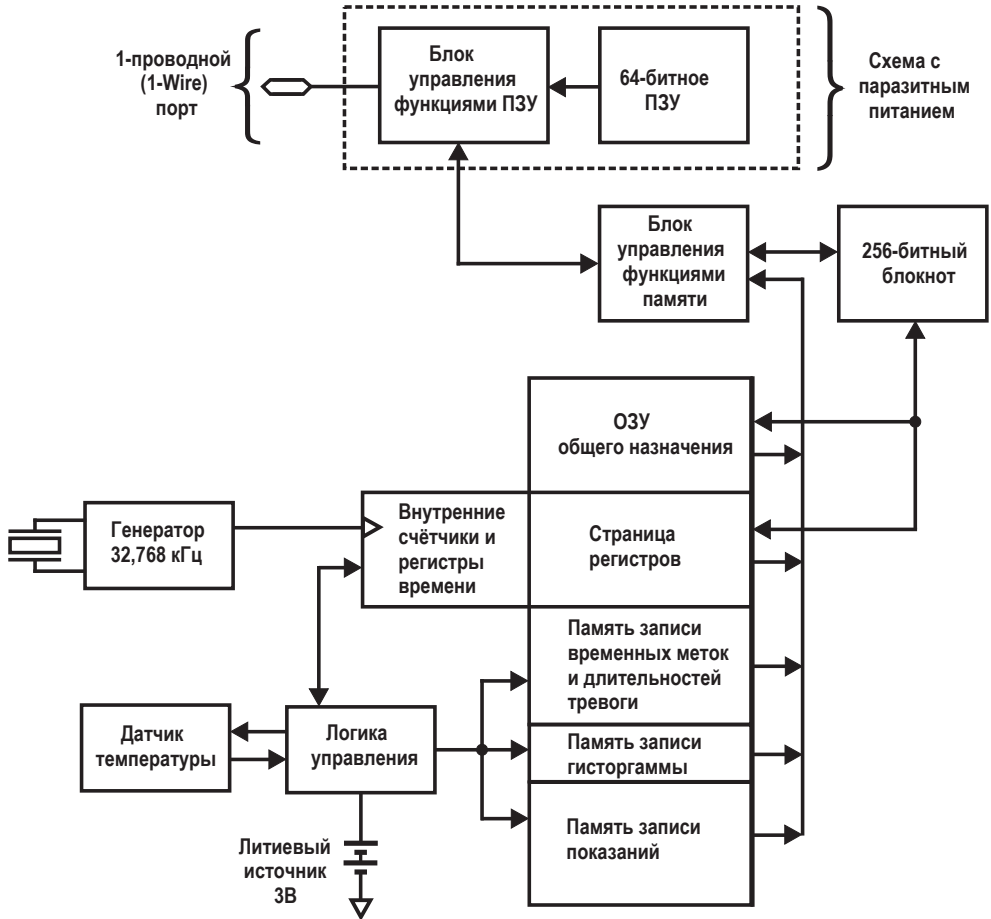


Рис. 2.5. Блок-схема мини-регистратора DS1921L-F5X

Помимо температурного датчика и памяти различного назначения, микросхема имеет встроенные часы/календарь реального времени. Устройство может непрерывно длительно работать во всех режимах от внутреннего источника питания (рис. 2.6, 2.7).

Измерение температуры с помощью регистратора DS1921L выполняется с точностью $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, причем значение температуры представляется как 8-разрядное (байт) беззнаковое двоичное число, которое охватывает весь диапазон от -40 до $+85\text{ }^{\circ}\text{C}$.

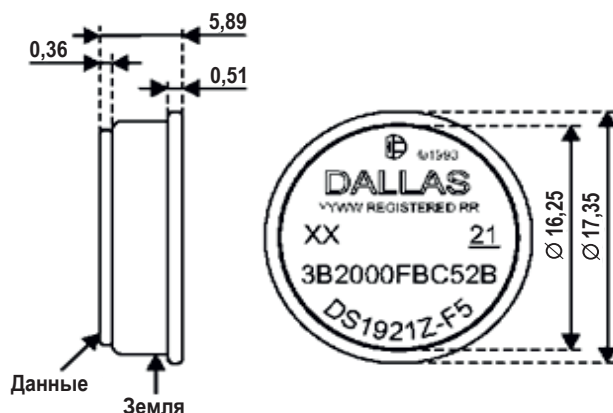


Рис. 2.6. Размеры датчика. Все размеры приведены в миллиметрах

В семействе DS192х имеются термометры/часы высокого разрешения DS1921Н и DS1921Z. Оба термометра имеют разрешение $0,125^{\circ}\text{C}$ и могут записать температурную гистограмму с разрешением $0,5^{\circ}\text{C}$. Еще одно отличие — температурный диапазон: для DS1921Н он составляет $+15 \div +46^{\circ}\text{C}$, а для DS1921Z — $-5 \div +26^{\circ}\text{C}$.

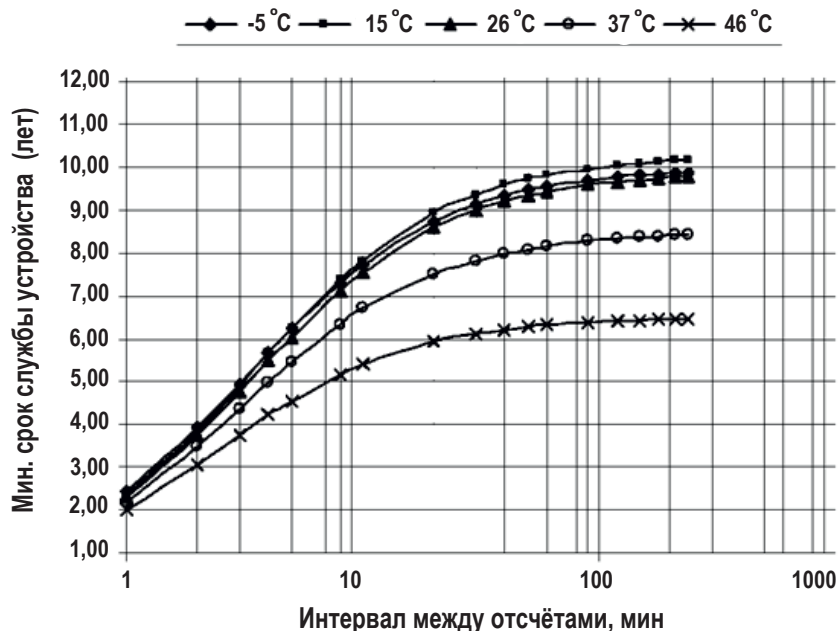


Рис. 2.7. Срок службы мини-регистратора в зависимости от производительности измерений и температуры среды

Таким образом, мини-регистраторы температуры являются полезными устройствами для контроля температуры транспортируемых объектов, будь то продукты питания, медицинские препараты или биологические органы. Это своеобразный электронный самописец в одном корпусе. Такие приборы позволяют создать эффективную систему контроля качества перевозки скоропортящихся продуктов, чем уже не преминули воспользоваться в некоторых европейских странах. Диапазон измерений регистратора DS1921H делает его привлекательным в первую очередь для контроля температуры тела человека или животных, а также для контроля процессов, критичных к температуре: консервирование, покраска, нанесение порошковых покрытий и т. п. Возможность применения описанных приборов в медицинских и пищевых приложениях подтверждена заключением государственной санитарно-эпидемиологической службы РФ. Кроме того, регистратор DS1921H можно использовать для контроля температуры в любых помещениях, например, в помещениях с компьютерами или другим оборудованием. Высокая разрешающая способность и режим высокого быстродействия (цикл измерения-записи составляет десятки микросекунд) позволяют широко применять DS1921H и DS1921Z для научных исследований.

2.2.1. Пример применения автономных мини-регистраторов для исследования процесса сушки керамических изделий

Задача обеспечения качественной сушки керамических изделий является актуальной, поскольку именно в процессе сушки возникают многие причины снижения показателей качества продукции [26]. Противоречивые требования увеличения производительности и обеспечения необходимого качества разрешаются опытным путем.

Для подтверждения стабильности найденного режима необходимо реализовать периодический дискретный контроль реального поля температуры — важнейшего параметра процесса сушки. Именно изменяющееся во времени температурное поле термообрабатываемых изделий определяет удельные энергозатраты и качество получаемой продукции. В этом случае предлагается использовать автономные регистраторы температуры. В [26] применялся автономный миниатюрный регистратор температуры. Он имеет встроенные датчик температуры, память и аккумулятор. Съем данных осуществляется после цикла измерений.

В экспериментах [26] регистраторы подвешивали между керамическими изделиями в различные места садки на вагонетке, которая продвигалась вдоль рабочего пространства туннельной сушилки. Сушилка представляет собой агрегат туннельного типа, который конструктивно состоит из двух каналов, разделенных промежуточной стенкой. В первом канале расположены параллельно 2 рельсовых пути для продвижения вагонеток, во 2-м канале находятся рельсовые пути для одного ряда вагонеток и рельсовые пути для возвратно-поступательного движения рециркуляционных вентиляторов вдоль сушильных вагонеток. В первом канале над потолком установлены реверсивные вентиляторы для рециркуляции сушильного агента в поперечном сечении канала и выравнивания тем самым температуры и влажности теплоносителя и кирпича-сырца по ширине и высоте канала.

Движение кирпича-сырца на вагонетках и теплоносителя организовано в каналах по принципу противотока с поперечной рециркуляцией. Три отверстия для входа теплоносителя расположены по концам второго канала и в его середине. Сушилка работает в полунепрерывном режиме, в смену (12 ч) заталкивание вагонеток идет через каждые 15 минут в течение ~9 ч, а в остальное время движения вагонеток в каналах сушилки нет. В результате керамические изделия, поданные в сушилку в начале и конце смены, подвергаются сушке по различным термовлажностным режимам. Регистраторы фиксировали температуру через две минуты, в таком режиме они были способны работать в течение трех суток.

Анализ результатов регистрации позволяет отслеживать величину и характер изменения температур и перепадов температур как в поперечном сечении, так и вдоль рабочего канала сушилки. Мини-регистраторы были размещены вдоль сушильного туннеля с учетом расположения рециркуляционных вентиляторов, воздухоотводящих каналов и полунепрерывного режима загрузки. По результатам замеров установлена разница в продолжительности сушки (от 28 до 34 ч) и уровне температур на различных этапах процесса. Хорошо прослеживается работа потолочных реверсивных вентиляторов в первом канале или напольных вентиляторов во втором канале.

Применение автономных мини-регистраторов позволило определить неравномерности температурного поля по ширине и высоте сушильного туннеля, влияние рециркуляционных вентиляторов на распределение температур в сушилке.

2.3. Реперные датчики

2.3.1. Реперные точки на основе металлоуглеродных эвтектических сплавов

Современное развитие науки, технологий в микроэлектронике, энергетике, металлургии, экологии и других отраслях предъявляет все более высокие требования к радиационной термометрии и спектрометриии. Например, при исследованиях изменений озонового слоя Земли и вариаций солнечной постоянной, связанных с проблемой изменения климата Земли, исследованиях в астрофизике необходимо проведение измерений долговременных дрейфов спектральных яркостей объектов на уровне 0,10–0,01 %. Развитие ракетно-космической техники, получение новых материалов и сплавов (в том числе для космической, авиационной и военной техники), технологии выращивания кристаллов для современных лазеров и микроэлектроники требует все более точных измерений температуры, особенно в области высоких значений: на уровне десятых долей градуса при измерениях температур 1500–3000 °С.

В последнее время ведущие национальные метрологические и научные центры мира проявляют большой интерес к высокотемпературным (выше 2500 К) черным телам на реперных точках фазовых переходов плавления металлоуглеродных эвтектик [27]. Потенциально они обладают на порядок более высокими метрологическими характеристиками по сравнению с применяемыми в метрологии и радиометрии перестраиваемыми черными телами, галогенными и дейтериевыми лампами.

Черные тела, работающие на фиксированных температурах фазовых переходов плавления и затвердевания чистых металлов, широко используются в пирометрии и радиометрии. Например, черные тела на точках затвердевания алюминия, серебра, золота, меди реализуют наиболее высокотемпературные реперные точки международной температурной шкалы МТШ-90 и служат для экстраполяции шкалы в область более высоких температур. Самую высокую температуру из этих фиксированных точек имеет медь — 1357,77 К. Применение черных тел с такими температурами в пирометрии видимой об-

ласти весьма затруднено, а в ультрафиолетовой (УФ) — практически нереально. Тем не менее, этот тип черных тел является одним из самых совершенных благодаря высокой степени изотермичности излучающей полости в точке фазового перехода (и, соответственно, высокой точности расчетов излучающей способности полости) и высокой воспроизводимости температуры фазового перехода. Поэтому появление высокотемпературных черных тел на точках фазовых переходов может сыграть большую роль в дальнейшем развитии пирометрии видимой и УФ-областей спектра. Выше точки меди в качестве вторичных стандартов фиксированных точек МТШ-90 были рекомендованы точки затвердевания никеля (1728 К), палладия (1828,0 К) и платины (2041,4 К). Однако практическая реализация черных тел на этих точках не всегда возможна, поскольку в качестве материала тигля, где плавятся металлы, используется графит. Согласно бинарным фазовым диаграммам даже небольшое количество углерода, попадающее из стенок тигля в металл, существенно снижает его температуру плавления. Применение тиглей из окиси алюминия позволяет избежать углеродного загрязнения, однако изготовление полости черного тела из этого материала невозможно из-за его чрезвычайно низкой излучательной способности.

В Национальном метрологическом институте Японии (NMIJ) был предложен альтернативный метод реализации высокотемпературных фиксированных точек, основанный на использовании в качестве материала фазового перехода не чистых металлов, а соединений металлов и углерода (эвтектик). При этом графитовый тигель не будет служить источником загрязнения, поскольку углерод сам входит в состав материала фиксированной точки. Кроме того, использование графита, обладающего высокой излучательной способностью, в качестве материала капсулы фиксированной точки сильно упрощает реализацию чернотельной полости. Исследование плато плавления и затвердевания шести фиксированных точек на основе металлоуглеродных эвтектик железо-углерод (Fe-C), никель-углерод (Ni-C), палладий-углерод (Pd-C), родий-углерод (Rh-C), платина-углерод (Pt-C) и рутений-углерод (Ru-C) с соответствующими температурами 1153, 1329, 1492, 1657, 1738, 1953 °С показали большую перспективность нового метода. Исследуются возможности создания и более высокотемпературных фиксированных точек на основе иридий-углерод (Ir-C), рений-углерод (Re-C), осмий-углерод (Os-C) с температурами плавления

соответственно 2569, 2748 и 3005 К. Черные тела на столь высокотемпературных фазовых переходах в случае их реализации могли бы найти широкое применение в пирометрии как в видимой, так и в ближней УФ-областях спектра и существенно повысить точности воспроизведения единиц радиометрических величин и передачи их размеров.

В 2000 г. во ВНИИОФИ были впервые исследованы две капсулы, заполненные металлоуглеродными эвтектическими сплавами Re-C и Ir-C, изготовленные в NMJ. Первые исследования МЧТ на эвтектических сплавах показали их высокую воспроизводимость и возможность существенно повысить точность пирометрических экспериментов при внедрении в метрологическую практику.

Начиная с 2001 г. во ВНИИОФИ проводятся работы по изготовлению и исследованию МЧТ на основе эвтектик. Были разработаны МЧТ для следующих реперных точек: Re-C, TiC-C, ZrC-C и HfC-C. Они реализованы в виде цилиндрических чернотельных графитовых капсул с излучающей полостью, окруженной материалом эвтектики. Основное внимание уделялось фотометрическому и радиометрическому применению таких капсул. Были опробованы капсулы различной конфигурации, разработанные для разных режимов работы.

Для температурных измерений использовали прецизионный яркостный пирометр TSP-2, приемная головка которого состоит из кремниевого фотодиода с интерференционным фильтром, собранными в едином термостатированном корпусе. Эффективная длина волны чувствительности головки 650 нм. Полуширина пропускания фильтра примерно 20 нм. Стабильность поддержания температуры измерительной головки 0,02 К. Пирометр был прокалиброван согласно МТШ-90. Погрешность измерения температуры оценивается 0,6; 0,75; 0,8 и 0,9 К соответственно на температурах Re-C, TiC-C, ZrC-C и HfC-C.

Измеренные пирометром TSP-2 температуры затвердевания эвтектик Re-C, TiC-C, ZrC-C и HfC-C составляют соответственно 2747,5; 3033,2; 3154,6 и 3458,5 К. Погрешность измерений порядка ± 2 К обусловлена, главным образом, погрешностями измерений спектральной чувствительности пирометра и его калибровки по точке плавления меди. Полученные значения совпадают в пределах суммарной погрешности с результатами измерений, проведенных независимо в NRLM (Япония), NPL (Великобритания), PTB (Германия).

Невоспроизводимость температур фазовых переходов не превышает 0,5% (спектральной плотности энергетической яркости на длине

волны 650 нм) для всех эвтектик, при этом индивидуальная воспроизводимость каждой капсулы составляет не более 0,1 %. Воспроизводимость метрологических характеристик черных тел на фазовых переходах металлоуглеродных эвтектик оказывается рекордно высокой. Такие уровни воспроизводимости демонстрируют лишь черные тела на точках затвердевания чистых металлов. Но самое «горячее» из них (медь) имеет температуру всего 1357,77 К. С использованием эвтектик температурный диапазон рекордных точностей, характерных для радиометрии черных тел на фазовых переходах, распространяется до уровня 3458 К (HfC–C).

Применение черных тел на фазовых переходах металлоуглеродных эвтектик Re–C, TiC–C, ZrC–C и HfC–C повысит точность измерений радиометрических величин в видимой и ближней УФ-областях до погрешностей 0,1–0,5 %, что будет способствовать увеличению точности воспроизведения единиц спектральных плотностей энергетических яркости и освещенности в этих диапазонах длин волн.

2.3.2. Термоэлектрические преобразователи со встроенными калибраторами

Парогенераторы электростанций (ЭС) стандартно оснащаются термоэлементами типа К или N. В связи с допустимыми отклонениями и увеличивающимся со временем дрейфом их передаточных характеристик приходится принимать возможную погрешность измерения температуры до 10 К.

Путем значительного уменьшения погрешности измерений возможно снизить предписываемую минимальную разницу между температурой используемого теплоносителя и максимальным расчетным значением температуры для энергоустановки, тем самым повысив безопасность и КПД ЭС с одновременным уменьшением выброса вредных веществ.

Конструкция «самокалибрующегося термоэлемента» предполагает наличие калибратора, встроенного в термометр. Это миниатюрный контейнер с реперным материалом (рис. 2.8). В контейнере предусмотрена дополнительная полость для размещения рабочего конца термоэлемента. При изменениях температуры плавления (застывания) реперного вещества из-за имеющего место фазового перехода образуются характерные картины изменения термоЭДС, из которых могут быть получены калибровочные значения для самого термоэлемента или для всей измерительной цепи при образцовой температуре.

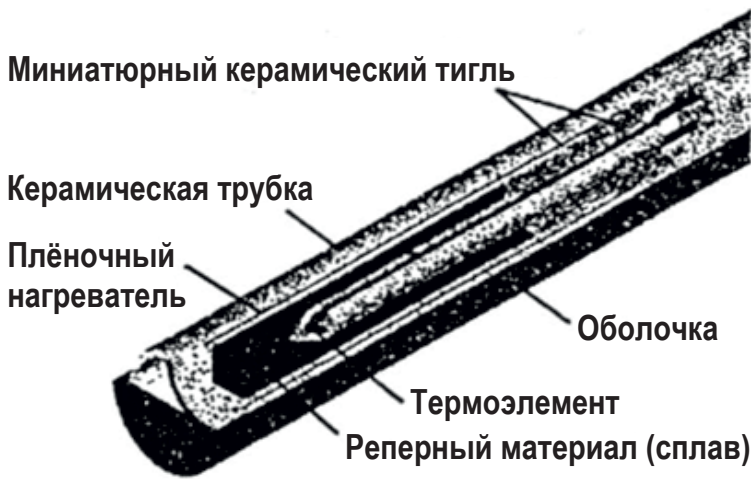


Рис. 2.8. Конструкция термометра со встроенным контейнером с реперным материалом и интегрированным нагревательным элементом

Для промышленного использования этого принципа для автоматической калибровки по месту установки термоэлементов в рабочих условиях, например на ЭС, необходимы следующие предпосылки:

- долговременная стабильность миниатюрного контейнера с реперным веществом даже при температурах и температурных циклах значительно выше температуры фазового перехода;
- оптимальная, в смысле измерения температуры, конструкция миниатюрного контейнера для реперного вещества, который может быть встроен в корпус (защитную гильзу) термометра стандартных размеров;
- наличие реперных веществ с хорошо воспроизводимыми температурами фазовых переходов вблизи рабочей температуры теплоносителя для гарантии минимальной погрешности при калибровке в одной точке;
- автоматические алгоритмы поиска и обработки участков сигнала с фазовым переходом для получения достоверных калибровочных данных в реальных условиях эксплуатации.

При выборе вещества в качестве реперного материала необходимо учитывать следующие аспекты:

- температура фазового перехода при нормальном давлении должна быть на 20–50 К выше рабочей температуры;

- доступность вещества необходимой чистоты (>99,99 %);
- достаточно существенные температурные эффекты во время фазового перехода.

В результате совместной работы с крупными электростанциями и в соответствии с их требованиями были проведены исследования, сконструированы и опробованы на практике тестовые образцы термометров [28]. При этом были успешно опробованы чистые металлы и бинарные сплавы с различными температурами фазовых переходов (табл. 2.1).

Таблица 2.1

Реперные материалы

Сплав	Cu23/Sb	Al67/Cu	Ag71/Al	Al87/Si	Al75/Pd	Al17/In	Cu30/Ge	Ag90/Ge	Al
$T_{пл}, ^\circ\text{C}$	523,3	548,2	567,6	578,7	616,5	638,4	642,4	652,4	660,3

Миниатюрный тигель калибратора, встраиваемого в термометр, должен предохранять содержащийся в нем реперный материал от проникновения чужеродных субстанций извне и других химических изменений. Материал тигля должен соответствовать следующим требованиям:

- термическая стабильность в воздухе при рабочих температурах;
- долговременная химическая устойчивость к металлическим расплавам;
- доступность и технологичность при высокой чистоте материала;
- высокая теплопроводность и низкая теплоемкость.

Такие керамики, как оксид и нитрид алюминия, нитриды кремния и бора являются подходящими материалами для тигля. Геометрия и материал тигля имеют решающее значение для формы и достоверности регистрируемых плато, т.е. в конечном итоге — для достижимой точности калибровки.

При практической апробации достигнута погрешность определения реперной температуры менее 0,2 К и общая погрешность измерения температуры менее 1 К.

По результатам тестирования, в течение более 15 000 часов работы на различных агрегатах при различных рабочих условиях были подтверждены:

- надежность и долговременная стабильность разработанных миниатюрных калибраторов;
- воспроизводимость температуры фазового перехода;

- достаточная термическая и механическая прочность оснащенных ими оболочных термометров. Термометр со встроенным алюминиевым калибратором, после наработки более 1 года на ТЭС при температуре пара 630 °С, был проверен в калибровочной лаборатории. Установленная реперная температура изменилась менее чем на 0,1 К. В течение долговременных испытаний, длившихся более года при температурах пара 535 и 565 °С, не было отмечено существенных изменений плато фазовых переходов, регистрируемых при температуре 548,2 °С для Al67/Cu и 577,2 °С для Al87/Si.

Термометры сопротивления, использующие схожую конструкцию, были впервые успешно протестированы в главном и питающем водяных контурах АЭС при температуре 200–320 °С. Примененные миниатюрные калибраторы, нагревательная система и конструкция термометра показали высокую долговременную термическую и механическую стабильность. В течение восьмидесятидневных испытаний в отсутствие промежуточных дополнительных калибровок термометра был отмечен дрейф около 0,2 К. Эквивалентный разброс соседних калибровочных значений составил менее 50 мК.

2.4. Измерители максимальных температур

Проблемы контроля тепловых режимов возвращаемых на Землю космических аппаратов относятся к числу наиболее сложных из-за необходимости использования большого числа термодатчиков, трудностей с подводкой необходимых электрических цепей, весовых и компоновочных ограничений на кабельные линии и регистрирующую аппаратуру. Особенно сложно обеспечить температурный контроль элементов теплозащиты, работающих при высоких температурах в условиях воздействия внешних аэродинамических тепловых потоков. Как правило, даже на этапах летной экспериментальной отработки новых космических аппаратов из-за перечисленных технических трудностей приходится ограничиваться установкой лишь единичных экземпляров термодатчиков.

Одним из путей повышения информативности о тепловом состоянии элементов конструкции и теплозащиты спускаемого аппарата является применение индикаторов максимальных температур, которые

позволяют оценить лишь наибольшее значение температуры, достигнутое за все время полета, но при этом не требуют применения какой-либо регистрирующей аппаратуры и соответствующих кабельных коммуникаций на борту спускаемого аппарата [29; 31].

Наиболее широко применяемыми индикаторами максимальных температур являются термокраски, которые обычно наносятся в виде специальных меток или полосок и необратимо изменяют первоначальный цвет или прозрачность при достижении некоторой температуры (температуры перехода), индивидуальной для данного сорта термокраски. В настоящее время выпускаются термокраски для нескольких десятков значений температур перехода в диапазоне от комнатных температур до 1000 °С и даже более. Однако они применяются в основном для теплового контроля внешней поверхности конструктивных элементов, не подвергающихся прямому воздействию интенсивных аэродинамических тепловых потоков. Термокраски плохо переносят механические нагрузки и воздействие влаги в процессе эксплуатации, особенно при посадке аппарата на водную поверхность. Для оценки максимальной температуры в заданной точке поверхности необходимо применение нескольких сортов термокрасок, причем точность измерений, помимо точности самих термоиндикаторов, существенно зависит от количества красок и размера меток, которые можно нанести в исследуемой зоне с учетом влияния реальных градиентов температуры.

Для контроля максимальных температур технических объектов применяются также специальные плавкие вставки на основе металлических сплавов с хорошо известной и стабильной температурой плавления. Они имеют ряд преимуществ перед термокрасками — более высокая стабильность, малая чувствительность к механическим и коррозионным воздействиям, возможность установки внутри объекта измерения. Вместе с тем плавкие вставки могут быть изготовлены лишь для ограниченного набора фиксированных температур плавления, а количество вставок, которые могут быть установлены в каждой зоне измерения, также весьма ограничено из конструктивных соображений. Поэтому при использовании плавких вставок основные проблемы фактической точности измерения максимальных температур остаются теми же, что и для термокрасок.

Одним из эффективных средств регистрации тепловых воздействий являются кристаллические индикаторы максимальных температур (ИМТК), разработанные в Институте атомной энергии им. И. В. Кур-

чатов, и основанные на рентгенодифракционном анализе параметров кристаллической решетки специально подготовленного вещества, которые необратимо меняются в зависимости от достигнутого уровня температуры и продолжительности нагрева [29].

В отличие от термокрасок, ИМТК обладают большей точностью в области высоких температур, обеспечивают возможность оценки максимальной температуры во всем диапазоне применения с использованием лишь одного датчика, имеют малые габариты и высокую устойчивость к агрессивному воздействию факторов внешней среды.

ИМТК успешно применялись в различных областях машиностроения и энергетики для измерения температур деталей и узлов, работающих в сложных условиях, таких как диски и лопатки турбин, клапаны и поршни двигателей внутреннего сгорания, подшипники и т. п.

В авиакосмической технике возможности применения ИМТК также достаточно перспективны. В частности, датчики этого типа широко использовались для оценки уровней внешних тепловых нагрузок на теплозащиту при планирующем спуске с орбиты на Землю при летных испытаниях экспериментальных авиакосмических летательных аппаратов Бор-4 и Бор-5. В дальнейшем полученная экспериментальная информация была успешно использована при проектировании и летных испытаниях орбитального космического корабля Буран.

В настоящее время технология применения ИМТК значительно усовершенствована, и их использование как в лабораторных, так и в натурных условиях открывает новые возможности получения ценной информации о тепловом состоянии исследуемых объектов.

В качестве таких индикаторных веществ обычно используются кристаллы технического алмаза или карбида кремния кубической модификации (β -SiC), которые предварительно подвергаются действию нейтронного облучения определенной энергии и интенсивности при температуре около 100 °С. Под воздействием нейтронного облучения в кристаллах возникают дефекты кристаллической решетки, проявляющиеся в смещении атомов относительно их исходных позиций. При этом происходит общее расширение кристаллической решетки (на 3–4 %), которое с высокой точностью может быть измерено методами рентгеновского дифракционного анализа.

Как алмаз, так и кристаллы карбида кремния после нейтронного облучения не имеют остаточной радиоактивности, поэтому не требуется применения каких-либо мер радиационной безопасности.

Под воздействием высоких температур (более 1000 °С) в кристаллах происходит так называемый отжиг дефектов — атомы постепенно возвращаются на места своих устойчивых положений в узлах кристаллической решетки. Этот процесс происходит тем быстрее, чем выше температура и чем дольше продолжительность нагрева. В результате происходит постепенное восстановление исходных параметров кристаллической решетки, то есть снятие расширения, наведенного облучением.

Количественный анализ степени восстановления кристаллической решетки индикатора проводится методами рентгенодифракционного анализа путем сравнения углов дифракционного отражения рентгеновского излучения на атомах индикаторного вещества до и после нагрева.

Для определения значений максимальных температур, достигнутых в процессе тепловых испытаний, используются специальные градуировочные зависимости, предварительно полученные при различных уровнях температур и различной продолжительности нагрева для аналогичных индикаторов в лабораторных условиях.

В первом приближении величина изменения угла дифракционного отражения линейно зависит от температуры и логарифмически от продолжительности нагрева. Поэтому для определения максимальных значений температур необходимо знать историю нагрева. В частности, если нагрев происходит при постоянной температуре, необходимо знать только время нагрева. Если же температура в точке измерения меняется в процессе эксперимента, то для определения максимальных значений температур необходимо знать, хотя бы в безразмерном виде, зависимость изменения температуры от реального времени эксперимента. С одной стороны это является определенным ограничением метода, однако, во многих случаях характер изменения температуры по времени известен или может быть достаточно точно получен расчетным путем. Во всяком случае применение ИМТК существенно расширяет возможности существующих методов тепловой диагностики.

Конструктивное исполнение ИМТК зависит от области их применения. Сам кристаллический элемент обычно имеет достаточно малые размеры — от 0,05 до 0,40 мм. Поэтому он легко может быть утерян либо в процессе установки на объект, либо во время тепловых испытаний или же при последующем извлечении кристалла для рентгеновского анализа. Поэтому безоболочечные ИМТК обычно используются только в технически обоснованных случаях (см. рис. 2.9).

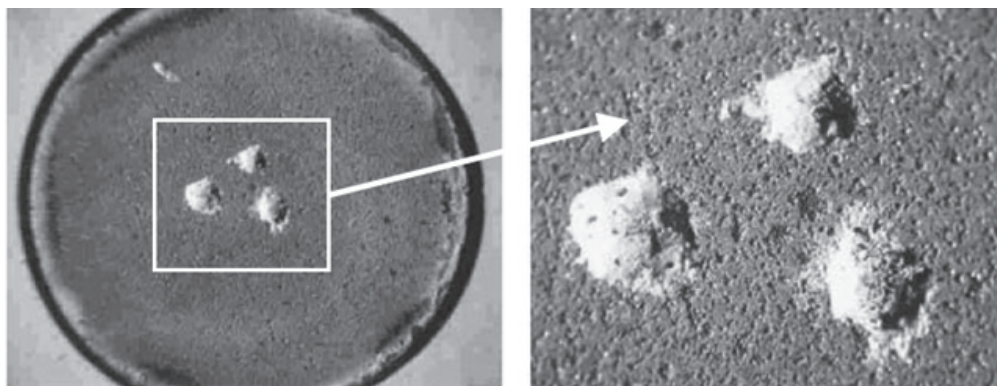


Рис. 2.9. Элементы ИМТК, наклеенные на внешнюю поверхность образца

Для более простых схем измерений используются кристаллические элементы, помещенные в малогабаритные контейнеры. В качестве одного из таких контейнеров применяется тонкостенная капсула из нержавеющей стали диаметром 1 мм и длиной около 5 мм. Возможно также использование контейнеров из керамики и других подходящих материалов.

Технические характеристики ИМТК на основе карбида кремния характеризуются следующими данными:

- диапазон измеряемых температур от 150 до 1450 °С;
- диапазон продолжительности действия измеряемой температуры от 30 секунд до 10 суток;
- стандартная погрешность измерения во всем диапазоне температур, если время измерения известно с точностью $\pm 15\%$, составляет в стационарном режиме ± 6 °С, в переменном — ± 12 °С;
- скорость нагрева ИМТК не более 200 °С/с.
- Реальная точность измерения максимальных температур, как правило, выше и в отдельных случаях достигает 2–4 °С.

К трудноконтролируемым источникам погрешности измерения максимальных температур с помощью датчиков ИМТК относятся:

- изменение условий теплообмена в случае выступания датчиков над уровнем поверхности испытуемого образца;
- изменение теплового потока и температуры, связанное с изменением химических процессов на поверхности в месте расположения датчика.

2.5. Быстродействующие зонды

2.5.1. Измерение температуры спонтанного вскипания жидкостей методом кратковременного нагрева

Область перегретых (метастабильных) состояний жидкости находится в области более высоких значений температуры относительно линии равновесия жидкость—пар. Этот перегрев ограничен флуктуационным образованием паровых зародышей, размеры которых превосходят критический. На таких зародышах жидкость способна чрезвычайно быстро вскипать. Зависимость частоты флуктуационного образования зародышей от температуры выражена очень сильно. Например, для перегретого этилового эфира в интервале температур 143–146 °С частота образования зародышей возрастает в 10^{10} раз. Это показывает, что, с одной стороны, жидкость устойчива по отношению к появлению спонтанных зародышей, а с другой стороны, она быстро вскипает в узком температурном диапазоне, который можно характеризовать значением температуры спонтанного вскипания. Принципиальное отличие метастабильных фазовых состояний от стабильных определяет конечное время их существования (время жизни). Таким образом, время проведения эксперимента ограничено временем жизни метастабильных фазовых состояний. Сформулированы следующие требования к экспериментальным установкам для исследования теплофизических свойств перегретых жидкостей: создать по возможности чистые условия опыта (избавиться от готовых центров кипения) и использовать оптимальный по скорости перевод жидкости в метастабильное состояние. Необходима высокая чувствительность установки и возможность многократных измерений без разборки установки.

Перечисленным требованиям удовлетворяет описанный П. А. Павловым и В. П. Скриповым (Институт теплофизики УрО РАН) метод нестационарного нагрева погруженных в жидкость платиновых проволочек [32; 33]. Идея эксперимента состоит в быстром нагреве граничащего с проволокой слоя жидкости. Роль искусственных центров, как регуляторов температуры, становится в этом случае малоэффективной, и жидкость можно перегреть до температуры спонтанного вскипания. Развившееся кипение нарушит при этом режим нагрева проволоки, и это можно зафиксировать на осциллографе (см. рис. 2.10).

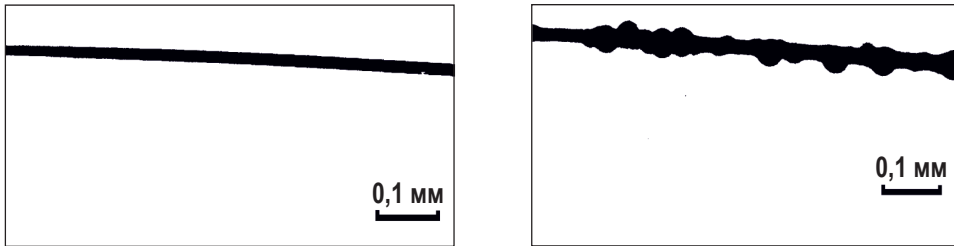


Рис. 2.10. Фотографии зонда в этаноле при его импульсном нагреве со скоростью 1 К/мкс непосредственно до и после момента спонтанного вскипания. Интервал времени между фотографиями составляет 5 мкс

Такой режим нагрева жидкости называют ударным. Достижение температуры спонтанного вскипания возможно при значительных скоростях нагрева жидкости $\sim 10^6$ К/с. Определение среднего значения температуры проволоочного зонда производится путем измерения его термосопротивления в мостовой схеме.

В опытах использовался платиновый зонд диаметром 20 мкм, длиной 1–2 см с начальным сопротивлением ~ 3 –6 Ом. Зонд служил одновременно нагревателем и термометром сопротивления. Он же был датчиком полезного сигнала, обусловленного температурной реакцией изучаемой среды на создаваемое тепловое возмущение. Зонд включался в мостовую схему и разогревался импульсом напряжения. Длительность импульса изменялась в пределах 10–1000 мкс, а его амплитуда устанавливалась в диапазоне 1–80 В. Регистрируемым эквивалентом изменения сопротивления зонда служило напряжение разбаланса моста, предварительно настроенного на предполагаемую температуру вскипания.

Для регистрации начала нуклеации использовался также резкий локальный подъем давления при распаде метастабильного слоя жидкости, граничащего с проволоочкой. Этот слой является источником достаточно интенсивного акустического излучения, которое поступает на приемник — пьезокерамический датчик и фиксируется осциллографом или быстродействующим цифровым регистратором.

В табл. 2.2 приведены значения температур (при атмосферном давлении) равновесного кипения $T_{\text{кип}}$ и спонтанного вскипания $T_{\text{вскип}}$

некоторых летучих жидкостей при импульсном перегреве по методу теплового зонда.

Таблица 2.2

Температура (при атм. давлении) равновесного кипения $T_{\text{кип}}$ и спонтанного вскипания $T_{\text{вскип}}$ некоторых летучих жидкостей

Жидкость	$T_{\text{кип}}, ^\circ\text{C}$	$T_{\text{вскип}}, ^\circ\text{C}$
Аргон	–186	–142
Кислород	–183	–137
Этан	–88	–4
Этиловый спирт	78	189
Бензол	80	225
Анилин	183	262
Вода	100	303–310

Одна из методик [34; 35] импульсных измерений температуры спонтанного вскипания и термоустойчивости сложных жидкостей использует режим быстрого нагрева (1–10 мкс) электрическим током малоинерционного проволочного зонда до требуемой температуры с последующей стабилизацией этой температуры на 1–10 мс с помощью быстродействующего электронного регулятора. Состояние вещества в тонком пристеночном слое определяет степень теплоотвода с поверхности зонда, что отражается в величине затрачиваемой мощности электротока. Метод позволяет отслеживать изменения состояния вещества по времени и температуре и обладает высокой чувствительностью.

Мощность нагрева зонда можно программировать средствами вычислительной техники в соответствии с модельными представлениями о поведении вещества, а наблюдаемые отклонения в температуре нагрева зонда будут свидетельствовать об изменениях состояния системы. К измерительной схеме (см. рис. 2.11) предъявляются высокие требования по быстродействию и точности.

Управление током питания зонда осуществляется по информации в ОЗУ через ЦАП и быстродействующий генератор тока в составе управляемого источника питания (УИП). Время установки заданного значения тока менее 1 мкс. Регистрация отклонений температуры зонда от заданной проводится в схеме с мостовым датчиком сопротивления зонда R_T и дифференциальным усилителем.

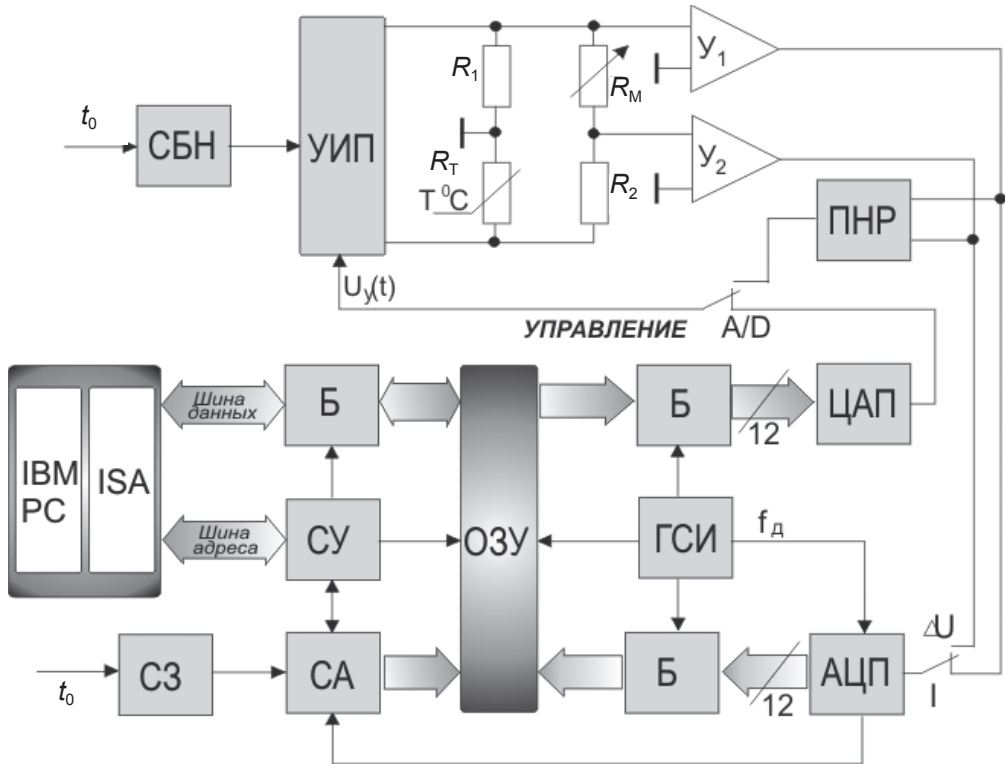


Рис. 2.11. Схема установки для управления импульсным нагревом быстродействующего зонда

Схема обеспечивает повышенную чувствительность к малым отклонениям сопротивления зонда. В опыте измеряется разбаланс моста, напряжение и ток датчика, которые затем пересчитываются в значение температуры по коэффициентам предварительной калибровки. Полоса пропускания приемной части более 1 МГц. В цепях формирования и обработки сигнала применены прецизионные усилители и преобразователи (AnalogDevice). Запись значений функции нагрева и сигнала отклика осуществляется синхронно в буферное ОЗУ. Программа управления экспериментом позволяет проводить опыты в ручном и автоматическом режимах. Функция нагрева рассчитывается по модели импульсного теплообмена зонда с окружающим веществом и уточняется в серии опытов по получаемой в каждом опыте зависимости температуры зонда от времени. Специфика опытов с веществами в области их термонеустойчивости требует высокой разрешающей способности метода в режиме поиска пороговых явлений, сопровождаю-

щих структурные и фазовые изменения в пристеночном слое. Поэтому в программе предусмотрены процедуры пошагового приращения температуры на малую величину относительно заданной и накопления результатов при избранной температуре зонда. Чувствительность к изменениям температуры в схеме с мостовым датчиком составляет сотые доли градуса при точности измерения абсолютных значений средней температуры платиновой проволоочки около 1 %. На рис. 2.12 приведены характерные сигналы увеличения напряжения разбаланса моста в опытах по изучению температуры спонтанного вскипания в технических маслах с примесями.

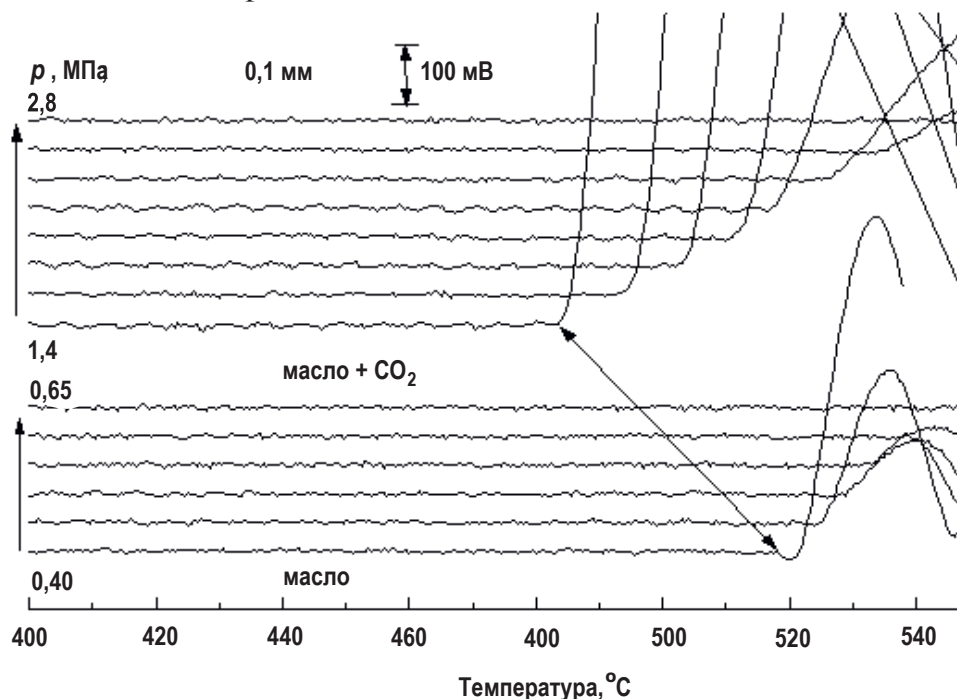


Рис. 2.12. Изменение температуры спонтанного вскипания и амплитуды сигнала вскипания с давлением в чистом масле MobilEALArctic22 (нижняя серия) и в растворе CO₂ в масле (верхняя серия) при заданной скорости нагрева зонда

В методе импульсного нагрева проволочных зондов традиционно учитываются следующие основные вклады в общую погрешность измерений:

1. Неравномерность нагрева зонда по длине проволоки из-за теплоотвода в местах крепления.

2. Неопределенность термического коэффициента сопротивления материала зонда.
3. Погрешность определения геометрических размеров (диаметр, длина).
4. Погрешность преобразователя электрического сопротивления зонда в сигнал напряжения или тока.
5. Ошибки устройств масштабирования и измерения сигналов напряжения или тока.

Первые три составляющие подробно рассмотрены в известных работах [32–34]. Общая погрешность за их счет определена на уровне 1 %. Остальные составляющие погрешности зависят от качества схемных и конструктивных решений в части электронных преобразователей импульсного сигнала [64].

Задачу измерения температуры проволоки в эксперименте с импульсно нагреваемыми зондами можно представить как задачу измерения малых отклонений сопротивления относительно заданного значения в схеме моста сопротивления. Важнейшие характеристики импульсных измерительных систем связаны с быстродействием используемых элементов. Например, время установления выходного сигнала усилителя на заданном уровне с заданной точностью, максимальная скорость нарастания выходного сигнала, полоса пропускания частот. Вместе с тем, известное противоречие заключается в требовании минимизировать шумы и дрейфы широкополосных измерительных устройств. В этой ситуации первостепенное значение имеет качество первичных преобразователей измеряемой величины. С этой целью традиционный мост сопротивления дополнен усилителем разбаланса на базе высокоскоростного дифференциального усилителя. Усилитель имеет полосу пропускания около 100 МГц, время установления менее 0,1 мкс с точностью лучше 0,1 %, уровень собственных шумов на входе менее 10 мкВ в полосе 10 МГц. Применение усилителей в дифференциальном включении на выходе моста позволило улучшить соотношение сигнал/шум за счет подавления синфазной составляющей шума. Динамические ошибки, связанные с конечной скоростью нарастания, могут не учитываться, потому что усилители обеспечивают до 2000 В/мкс на выходе. Составляющая ошибки за счет смещения входного напряжения может быть учтена предварительной калибровкой и скомпенсирована. Ввиду скоротечности эксперимента влияние дрейфов компенсируется так же. Точность компенсации усиленного

сигнала не хуже 0,1 %, что соответствует точности последующего преобразования. Неопределенность коэффициента передачи нормируется на частоте 4 МГц и составляет 0,01–0,03 %. Суммируя указанные погрешности, получаем ошибку усиления и преобразования менее 0,5 % в полосе частот до 10 МГц.

Следующий важный элемент измерительной системы — аналого-цифровой преобразователь. Основные источники погрешности определяются общей и дифференциальной нелинейностью АЦП. Применялись быстродействующие 12-разрядные преобразователи с частотой дискретизации 1,25 и 3 МГц соответственно. Входные каскады имеют полосу пропускания до 12 МГц в режиме малого сигнала и 2 МГц для большого сигнала. Ошибки за счет АЦП не превышают 0,1 % при условии, что интересующее отклонение усилено до уровня, соответствующего входному диапазону 0–5 В. В итоге тракт передачи и преобразования информации о малых отклонениях термосопротивления зонда в окрестности заданного значения вносит дополнительную погрешность не более 0,6 % от амплитуды измеряемого отклонения, которое составляет сотые доли от измеряемого среднего значения температуры зонда. Следовательно, основная доля погрешности в определении температуры зонда связана с погрешностями определения его характеристик и составляет величину около 1 %.

2.5.2. Измерение температуры терморазрушения полимеров методом быстродействующего зонда

При оценке эффективности теплозащитных материалов имеют значение температура начала терморазрушения при заданной мощности теплового воздействия и характер изменения теплового сопротивления материала, обусловленного терморазрушением связующего. Для выяснения взаимосвязи работоспособности материала тепловой защиты с параметрами его терморазрушения применяются соответствующие теплофизические методы. Постановка теплофизических измерений существенно усложняется при сокращении длительности воздействия. Применение быстродействующих проволочных зондов для импульсного теплового воздействия позволило сократить эту длительность до единиц микросекунд [35]. Метод является предельным случаем более общего метода импульсного нагрева тонкого проволочного зонда, применяемого для изучения высокоперегретых состояний жидкостей. Возможность выполнения

измерений основана на экспериментально установленном факте — возможности кратковременного существования полимера при температурах более высоких, чем температура разложения полимера при медленном нагреве.

Оценка температурно-временных условий начала структурных изменений в серии импульсов по ударному нагреву зонда в веществе основана на регистрации некоторого теплового признака, сопровождающего процесс остывания ударно нагретого зонда. Систематическое изменение параметров теплофизического отклика в серии при заданной функции нагрева будем связывать с терморазрушением полимера, как наиболее вероятным релаксационным процессом в условиях опыта. Нагрев вещества на поверхности зонда может сопровождаться его дополимеризацией и отжигом, а терморазрушение — отслаиванием вещества от поверхности зонда.

Для решения задачи применен метод ударного нагрева зонда с контролем его последующего остывания. Сокращение в данном методе длительности перевода полимера в термонеустойчивое состояние позволило расширить область допустимого повышения температуры в опыте при сохранении приемлемой (для уровня быстродействия доступной нам аппаратуры) продолжительности проведения измерений. Характерное время нагрева зонда — платиновой проволоочки диаметром 20 мкм и длиной 3 мм — до избранного значения составило $1 \cdot 10^{-6}$ с. Зонд помещался в жидкое связующее и проходил стадию полимеризации вместе с образцом.

Начало терморазрушения отвержденных полимеров не удастся отметить непосредственно в ходе греющего импульса. В этой связи измерения проводятся сериями импульсов при одинаковой функции нагрева. Пиковое значение температуры зонда T_{pk} ступенчато повышается от серии к серии. Факт начала терморазрушения отвержденных полимеров выявляется путем сопоставления интегральных параметров текущего сигнала-отклика с предыдущими сигналами в данной серии.

В отсутствие терморазрушения среднеинтегральная температура зонда на избранном участке его остывания изменяется в серии импульсов незначительно. Терморазрушение проявляется в систематическом повышении теплового сопротивления образца, обусловленном нарушением сплошности контактного слоя вещества. Это повышение отслеживается по сопоставлению графиков процесса остывания зонда (см. рис. 2.13).

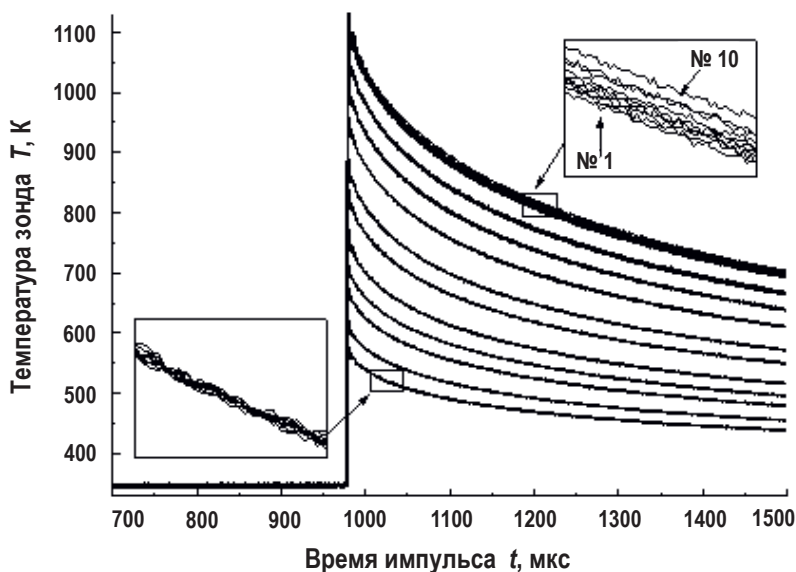


Рис. 2.13. Опыт по регистрации начала терморазрушения образца на основе эпоксидного связующего ЭДТ-10. Применено ступенчатое повышение температуры T_{pk} между сериями из десяти импульсов. Цифры у кривых на врезке показывают номер импульса в серии

В опытах оценивалось значение температуры зонда T_{pk}^* (рис. 2.14), начиная с которого изменение температуры в ходе серии систематически превышало некоторый «фоновый» уровень, не связанный с терморазрушением.

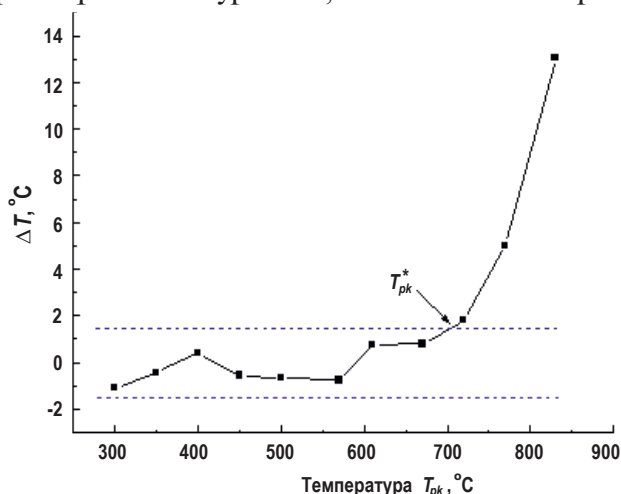


Рис. 2.14. Результаты обработки опытных данных, представленных на рис. 2.13.

Показана разность среднеинтегральной температуры десятого и первого импульсов в серии в зависимости от температуры нагрева зонда. $T_{pk}^* \sim 720$ °C

По результатам опытов с увеличением импульсного нагрева зонда для исследуемого полимерного материала определяется граничная температурно-временная зависимость для области безопасных режимов, отвечающая условию повторяемости результатов. Для условий эксперимента принят критерий обнаружения начала терморазрушения по признаку увеличения средней температуры на участке охлаждения более чем на 2 градуса вследствие соответствующего увеличения термосопротивления в системе зонд — вещество.

3. БЕСКОНТАКТНЫЕ МЕТОДЫ

3.1. Лазерная термометрия

На стыке возможностей оптики и спектроскопии и потребностей новых технологий возникло новое направление — лазерная термометрия (ЛТ). Трудности и ограничения, присущие традиционной термометрии, были преодолены путем создания сразу нескольких новых методов, положивших начало активной термометрии, которая проводится путем зондирования изучаемого объекта внешним оптическим (обычно лазерным) пучком [2]. Закончившийся первый этап развития ЛТ включал разработку новых физических принципов, экспериментальную проверку новых методов термометрии, изучение их особенностей, предварительные оценки измерительных характеристик. Некоторые из методов лазерной термометрии широко применяются в настоящее время в исследованиях и технологическом контроле и характеризуются низкой трудоемкостью и высокой помехозащищенностью, высокой чувствительностью и относительной простотой оптических схем.

Десятки лабораторий, связанных с микротехнологией, разработали или освоили по крайней мере по одному методу ЛТ. Благодаря ЛТ в 90 гг. XX в. впервые за время существования микротехнологии (~ 30 лет) появилась реальная возможность проводить систематическое изучение температурных режимов поверхности при плазмохимическом нанесении и травлении тонких пленок, их эпитаксиальном наращивании, быстром термическом окислении кремния, лазерном отжиге легированных монокристаллов и ряде

других операций. Исследовательские группы, первыми применившие методы ЛТ, получили существенное информационное преимущество, поскольку традиционные методы термометрии практически не позволяли достигать надежных результатов в области микро-технологии.

Наиболее часто методы ЛТ применяются при исследованиях плазменных процессов, воздействий лазерных и электронных пучков на поверхность, эпитаксиального роста пленок.

Различные методы ЛТ приобретают собственные сферы применения. В некоторых случаях имеются принципиальные особенности методов, наилучшим образом сочетающиеся со свойствами изучаемых процессов или объектов. Например, нестационарную температуру кристаллов кремния и арсенида галлия в плазмохимических процессах наиболее часто измеряют методом интерференционной термометрии, поскольку этот метод с зондированием на фиксированной длине волны позволяет измерять только нестационарную температуру. Температуру кристаллов в процессе эпитаксиального роста пленок чаще всего находят по сдвигу края поглощения света в кристалле. Этот выбор обусловлен свойствами не процесса, а объекта — монокристалла кремния с шероховатой тыльной поверхностью. В ряде других случаев сочетание «метод-процесс» происходит, вероятно, на основе случайного выбора.

Температура, определяемая с помощью зондирующего светового пучка, характеризует область, размеры которой в плоскости образца обычно совпадают с размерами светового пятна, а размер в глубину близок к толщине (h) слоя, в котором формируется сигнал. Для некоторых методов (например, основанных на измерении коэффициента отражения или параметров поляризации света) значение h совпадает с глубиной δ проникновения света в материал. Для металлов, облучаемых светом видимого диапазона, $\delta \sim 3\text{--}30$ нм, т.е. порядка 5–50 постоянных кристаллической решетки. Для полупроводников и диэлектриков в области поглощения $\delta \sim 0,01\text{--}10$ мкм; в области прозрачности $\delta \sim 1\text{--}100$ см (отражение от поверхности в этом случае формируется в слое толщиной порядка нескольких длин волн). В ряде методов (например, интерферометрическом, а также по положению края поглощения света в кристалле) определяется температура, усредненная по толщине прозрачного или полупрозрачного образца, имеющего форму плоскопараллельной пластины.

Преимущества методов ЛТ:

1. Световой пучок не подвержен влиянию электрических наводок, вибраций, деформаций, температурных воздействий или химической активности среды и имеет ряд характерных признаков (длина волны, поляризация, направление распространения, модуляция интенсивности и т. д.), позволяющих достоверно различать его на фоне оптических помех. Следует, однако, отметить, что для некоторых методов ЛТ проблему представляют термодформации исследуемого образца. В ряде методов ЛТ регистрируемый сигнал обладает свойством идентифицируемости, т. е. имеет однозначно определенную форму, выделяющую его среди возможных посторонних излучений. Идентифицируемость сигнала характерна для термометрии комбинационного рассеяния (положение рассеянных линий в спектре задано свойствами материала), по сдвигу края поглощения (форма края межзонных оптических переходов в кристаллах имеет типичную форму), интерференционной термометрии (при изменении температуры прозрачной плоскопараллельной пластинки, облучаемой зондирующим световым пучком, регистрируется последовательность резонансов Фабри-Перо).

2. Бесконтактный характер ЛТ полностью устраняет проблему ненадежности теплового контакта, существенную для контактной термометрии. Наличие контакта зондирующего светового пучка с образцом в буквальном смысле очевидно.

3. Диапазон измеряемых температур: нижняя граница, доступная практически любому методу ЛТ, находится в криогенной области; верхняя граница, доступная некоторым методам, совпадает с точкой плавления материала; для наиболее чувствительных методов термометрии полупроводников верхняя граница зависит от длины волны зондирующего излучения и определяется температурой, при которой образец хотя бы частично прозрачен (например, монокристалл кремния толщиной 1 мм становится непрозрачным во всем инфракрасном диапазоне при температурах $T \geq 1000$ К).

4. Относительная температурная чувствительность регистрируемого сигнала заключена в диапазоне $S \sim 0,01\text{--}100\text{ \%}/\text{К}$ — (для платинового термометра сопротивления $S \sim 0,4\text{ \%}/\text{К}$ при $T = 300$ К). Существуют методы с высокой чувствительностью и узким диапазоном измеряемых температур, методы с низкой чувствительностью и широким диапазоном температур. Выбор условий зондирования объекта и считывания сигнала позволяет изменять чувствительность

на несколько порядков. К таким условиям относятся длина волны, поляризация и угол падения света на поверхность изучаемого объекта. Лазерная интерференционная термометрия полупроводников и диэлектриков сочетает очень высокую чувствительность с широким интервалом измеряемых температур (чувствительность увеличивается с толщиной образца, и для кремния толщиной 1 мм в среднем по периоду интерференции $S \sim 160 \text{ \%}/\text{K}$, температурный диапазон до 1 000 К; максимальная чувствительность составляет 600 \%/K на участке интерферограммы, где достигается максимальный наклон).

5. Регистрация тепловых полей может проводиться с помощью пространственного сканирования образца зондирующим пучком (последовательное измерение) или путем облучения образца расширенным пучком с одновременной регистрацией сигнала о температуре разных участков (параллельное измерение). Предельное пространственное разрешение ЛТ сравнимо с длиной волны зондирующего излучения.

6. Инерционность метода определяется временем прогрева материала от поверхности в глубь образца. Нижняя граница прогретого слоя должна находиться на такой глубине, дальше которой формируется лишь малая часть оптического сигнала, по которому проводится определение искомой температуры. Например, при зондировании металлов отраженная световая волна формируется в поверхностном слое толщиной порядка нескольких нанометров, при этом инерционность метода составляет $10^{-8} - 10^{-9}$ с. Для диэлектриков в области прозрачности толщина этого слоя составляет несколько длин волн (т.е. $\sim 3 - 10$ мкм), инерционность достигает микросекунд. Если измеряется температура, усредненная по толщине плоскопараллельной пластинки, инерционность определяется временем установления температуры по толщине (для полупроводниковых кристаллов толщиной 1 мм время установления температуры составляет несколько миллисекунд, для аморфных диэлектриков типа плавленого кварца — порядка 1 с).

Ограничения методов ЛТ:

1. Методы ЛТ являются узкоспециализированными, в отличие от универсального метода термометрии по тепловому излучению. Узкая специализация методов ЛТ означает, что любой из них позволяет проводить измерения лишь для ограниченного набора материалов, а в некоторых случаях имеются еще дополнительные требования к гео-

метрической форме образца и свойствам поверхности. Например, для применения метода лазерной интерференционной термометрии полупроводников и диэлектриков необходимо, чтобы образец имел форму плоскопараллельной пластины, которая прозрачна для зондирующего излучения и имеет достаточно гладкие поверхности (тогда пластина может выполнять роль интерферометра Фабри-Перо).

2. Ряд методов ЛТ нельзя применять в случае, когда поверхность исследуемого объекта является шероховатой. Однако наличие шероховатости позволяет использовать методы, в которых регистрируется диффузная компонента отраженного излучения.

3. Оптические схемы ряда методов лазерной термометрии (нелинейно-оптических, по спектру комбинационного рассеяния света, по параметрам эллипса поляризации и т.д.) довольно сложны по сравнению со схемами традиционной термометрии. Тем не менее, сложные методы ЛТ применяются все чаще, поскольку позволяют проводить измерения в условиях, где традиционные и более простые методы неэффективны.

3.1.1. Автоматизированный лазерный термометр для исследования плазменных процессов микротехнологии

Измерение температуры кремниевых подложек проведено в реакторе плотной плазмы, в котором проводятся исследования травления материалов [36]. Измерение температуры проводилось с помощью лазерного пучка $\varnothing 0,5\text{--}5$ мм, падающего на поверхность подложки по нормали через кварцевое окно. При зажигании разряда происходит нагрев подложки, изменяется ее оптическая толщина $n \cdot h$ (h — геометрическая толщина, n — показатель преломления на длине волны зондирующего излучения), при этом наблюдаются интерферограммы, т.е. осцилляции интенсивности света, отраженного от подложки. Отраженное излучение через то же окно попадает на фотоприемник (кремниевый или германиевый фотодиод в режиме короткого замыкания). Подавление шумов, обусловленных излучением плазмы, достигается с помощью оптического фильтра на входе фотоприемника.

Сигнал с фотоприемника усиливается, оцифровывается и записывается в память компьютера. Компьютерная программа выполняет следующие функции:

1. Сбор данных и нормирование сигнала на значение опорного канала.

2. Определение момента начала нагрева подложки и момента окончания нагрева, т.е. момента начала остывания.

3. Расчет и отображение на экране в режиме реального масштаба времени следующих величин: интенсивности света, отраженного подложкой, температуры подложки $T(t)$, температурной зависимости мощности $D(T)$, передаваемой подложке при нагревании или теряемой при остывании.

4. Запись данных эксперимента в файлы и вывод на печать.

По окончании процесса можно провести математическую обработку записанных интерферограмм: фильтрацию, Фурье-анализ, поиск экстремумов интерферограмм. Затем на основе этой обработки можно провести утонченный расчет динамики процесса нагрева-остывания. Для получения зависимостей $T(t)$ и $D(t)$ необходимо задать материал и толщину подложки, ее начальную температуру (до зажигания разряда), длину волны зондирования. На рис. 3.1 показана картина, наблюдаемая на мониторе, при нагревании подложки в плазме ВЧ-разряда. Источником зондирующего излучения интерференционного термометра служит He-Ne-лазер ЛГН-113 с генерацией на двух длинах волн: $\lambda_1 = 0,633$ (мощность 10 мВт) и $\lambda_2 = 1,15$ (мощность 5 мВт). Юстировка оптической схемы проводится на длине волны 0,633 мкм, а измерения можно проводить на любой из двух длин волн, в зависимости от материала подложки. Термометрия подложек из материалов, прозрачных в видимой области спектра, проводится на длине волны 0,633 мкм. Для термометрии подложек из кремния и арсенида галлия применяется линия 1,15 мкм, для которой пластины толщиной 0,5 мм являются прозрачными (в видимом диапазоне такая подложка непрозрачна).

Зная толщину и начальную температуру пластины, а также температурную зависимость показателя преломления и толщины, легко найти по интерферограмме зависимость температуры от времени. Для определения температуры полупроводниковых монокристаллов (Si, GaAs, InP) применяются линейные и нелинейные зависимости $n(T)$ и $h(T)$. Температурный интервал между соседними минимумами или максимумами отражения определяется выражением:

$$\Delta T = \lambda \left[2nh \left(n^{-1} \frac{dn}{dT} + (h-1) \frac{dh}{dT} \right) \right]^{-1}. \quad (3.1)$$

Для многих материалов (Si, GaAs, плавленый кварц и т. д.) основную роль играет первое слагаемое $n^{-1} \frac{dn}{dT}$, тогда как вклад термического расширения пластины в десятки раз меньше (например, для моно-

кристаллического кремния вклад первого слагаемого составляет $\approx 96\%$, а второго — 4%). Пренебрегая вторым слагаемым, получаем приближенное выражение:

$$\Delta T \approx \frac{\lambda}{2h} \left(\frac{dn}{dT} \right). \quad (3.2)$$

Величина ΔT уменьшается при использовании более коротковолнового зондирующего излучения и при увеличении толщины пластины. Значение $\frac{dn}{dT}$ для полупроводников примерно на порядок выше, чем для диэлектриков. На интерферограмме, показанной на рис. 3.1, сдвиг на одну полосу соответствует увеличению температуры кремниевой подложки толщиной $h = 0,46$ мм на $\Delta T \approx 5,2^\circ\text{C}$ вблизи комнатной температуры. С увеличением температуры значение ΔT уменьшается.

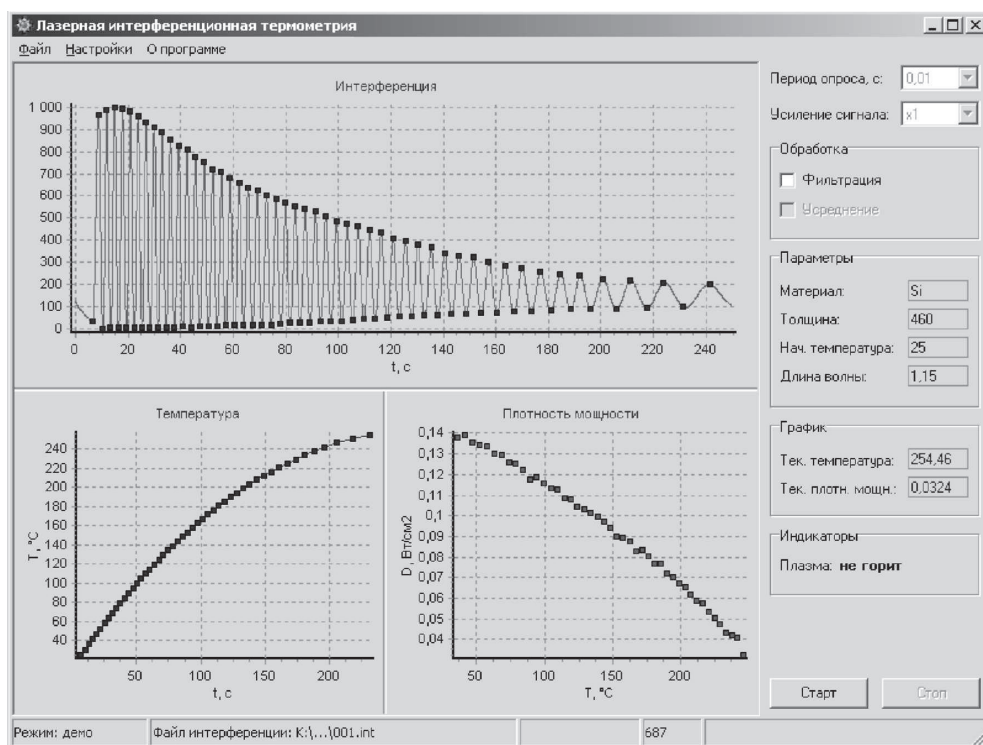


Рис. 3.1. Представление данных на мониторе: интерферограммы (вверху), зависимость температуры подложки от времени (внизу слева), температурная зависимость мощности, нагревающей подложку (внизу справа)

Чувствительность лазерной интерференционной термометрии очень велика: при изменении температуры монокристалла толщиной 0,5 мм на 1 К интенсивность отраженного света с длиной волны 1,15 мкм изменяется в среднем по периоду на 80 %, что примерно на 2 порядка выше относительной чувствительности термопар и термосопротивлений.

Достоинством метода является простота оптической схемы. Поскольку требуется определить, в какие моменты времени достигаются максимумы и минимумы интенсивности в отраженном свете, требования к фотометрической точности измерений невысоки. В частности, не требуется стабилизации мощности, так как дрейф мощности газового лазера происходит в течение нескольких часов. Длительность изучаемого процесса и измерения температуры кристалла в реакторе составляет 3–5 мин, а сдвиг фазы на 2π между предметным и опорным лучом (т. е. сдвиг сигнала на одну интерференционную полосу) при нагревании подложки происходит за 0,1–10 с.

Основные препятствия к применению метода лазерной интерференционной термометрии связаны с отклонениями пластины от плоскопараллельности и шероховатостью ее поверхностей. Исследуемая подложка выполняет роль интерферометра Фабри-Перо. Для получения интерферограммы необходимо, чтобы угол между поверхностями пластины не превосходил 10^{-5} – 10^{-4} рад, а шероховатость поверхностей была мала по сравнению с длиной волны зондирующего излучения. Эти требования удовлетворяются стандартами, существующими в электронной промышленности. Шероховатость поверхности и клиновидность пластины приводят к снижению контраста $V = (R_{\max} - R_{\min}) / (R_{\max} + R_{\min})$, где R_{\max} , R_{\min} — интенсивность света в максимумах и минимумах интерферограммы вплоть до полной неразличимости полос (при $V \rightarrow 0$). Однако большинство серийно выпускаемых полупроводниковых подложек, включая и подложки с шероховатой тыльной поверхностью и микроструктурами на лицевой поверхности, пригодны для получения интерферограммы и определения температуры.

3.2. Измерение температуры пламени и плазмы

3.2.1. Метод лазерно-индуцированной флуоресценции

Лазерно-индуцированная флуоресценция (ЛИФ) промежуточных продуктов химических реакций — свободных радикалов — часто при-

меняется при исследовании реагирующих потоков газа [37]. Метод обеспечивает высокое пространственное разрешение без внесения газодинамических возмущений в объект исследования. Воздействие лазерного излучения определенной длины волны вызывает вынужденные переходы радикалов с отдельного вращательного уровня нижнего электронного состояния на определенный уровень верхнего. В результате переноса энергии, вызванного столкновениями, заселенными оказываются многие колебательно-вращательные уровни верхнего состояния. Флуоресценция возникает при обратных переходах на уровни нижнего электронного состояния и может существовать в течение радиационного времени жизни (порядка 700 нс для ОН) после лазерного импульса. Перестраивая длину волны возбуждающего излучения, регистрируют интенсивность ЛИФ и получают спектр, который отражает распределение населенностей исходных вращательных уровней. При наличии равновесия по спектру можно определить температуру, осредненную за время измерений, а также оценить концентрацию радикалов, если учесть квантовый выход флуоресценции, который зависит от состава газов в месте измерений. Определение температуры основано на сравнении формы спектра, полученного экспериментально в точке измерения, с формой спектра, рассчитанных для различных температур. Поэтому необходимой составной частью работы являлся расчет спектров ЛИФ и их анализ с целью выбора наиболее благоприятных условий измерения температуры радикалов ОН. Частоты и интенсивности всех линий, разрешенных правилами отбора, при заданном значении температуры определялись для 12 ветвей. Затем рассчитывался спектр путем свертки с формой лазерной линии. Варьированием значения вращательной температуры как параметра достигалось наилучшее совпадение по методу наименьших квадратов форм экспериментального и расчетного спектров.

Исследовались диффузионные пламена этанола и водорода в воздухе, а также пламена заранее перемешанного топлива — водорода с кислородом в соотношениях, соответствующих стехиометрической, богатой и бедной смесям. В опытах с горением спирта сфера диаметром 15 мм из пористой нержавеющей стали, пропитанная этанолом (ее поверхность поддерживалась влажной в течение эксперимента), обдувалась потоком воздуха со скоростью 0,7 м/с, при которой пламя оставалось неподвижным. С помощью координатного устройства сфера перемещалась в горизонтальной плоскости с точностью 0,01 мм. Скорость выгорания 0,027 кг/(м²·с). Исследовалась окрестность лобовой точки.

Для возбуждения была выбрана колебательно-вращательная полоса $1 \leftarrow 0$ электронного перехода $A^2\Sigma^+ \leftarrow X^2\Pi$ радикала ОН. Она сканировалась узкополосным лазерным излучением, перестраиваемым по длине волны в диапазоне 281–287 нм. Измерялась интегральная по времени интенсивность флуоресценции из измерительного объема в спектральной области 304–318 нм, включающей полосы $0 \rightarrow 0$ и $1 \rightarrow 1$.

Импульсно-периодический твердотельный Nd: YAG-лазер с модуляцией добротности и преобразованием излучения во вторую гармонику — использовался для накачки лазера на красителе родамин с последующим удвоением частоты ($E = 0,05$ мДж/имп, $\Delta t = 15$ нс, $F_{\text{повт}} = 10$ Гц). Узкополосное ($\Delta\lambda = 0,4$ Å) ультрафиолетовое излучение лазера на красителе, перестраиваемое в указанном выше диапазоне со скоростью ~ 1 нм/мин, фокусировалось линзой ($f = 140$ мм) в объект измерений. Флуоресценция из области перетяжки лазерного пучка с размерами $0,1 \times 0,1 \times 1,0$ мм собиралась в вертикальном направлении и фокусировалась на входной щели призматического монохроматора. Прошедшее излучение регистрировалось фотоумножителем ФЭУ97, сигнал с которого попадал на вход зарядового преобразователя и интегрировался в течение 200 нс. Одновременно с помощью фотодиода измерялась также импульсная мощность лазерного излучения. Запуск регистрирующей системы был синхронизован по сигналу от лавинного фотодиода, установленного в лазере накачки. Данные накапливались и обрабатывались на компьютере. Время измерений в одной точке, определявшееся временем записи спектра, составляло ~ 5 –6 мин. В последующем из сравнения формы спектра, полученного в ходе эксперимента, со спектрами, рассчитанными для различных температур, определялось ее значение в месте измерений.

Оптические измерения температуры дублировались измерениями с помощью платина-платинородиевой термопары диаметром 50 мкм. Ее электроды располагались в меридиональной плоскости эквидистантно поверхности сферы. На рис. 3.2 показаны значения температуры, полученные методом ЛИФ и измеренные термопарой с коррекцией погрешности, обусловленной ее излучением, а также приведены температуры (2) при испарении и горении этанола в пограничном слое над плоской поверхностью при продольном обтекании воздушным потоком со скоростью 3,3 м/с. Координата y отнесена к расстоянию от стенки до области с максимальным значением температуры (y_f). В опытах со сферой $y_f = 1,8$ мм, в опытах с плоскостью $y_f = 8,8$ мм.

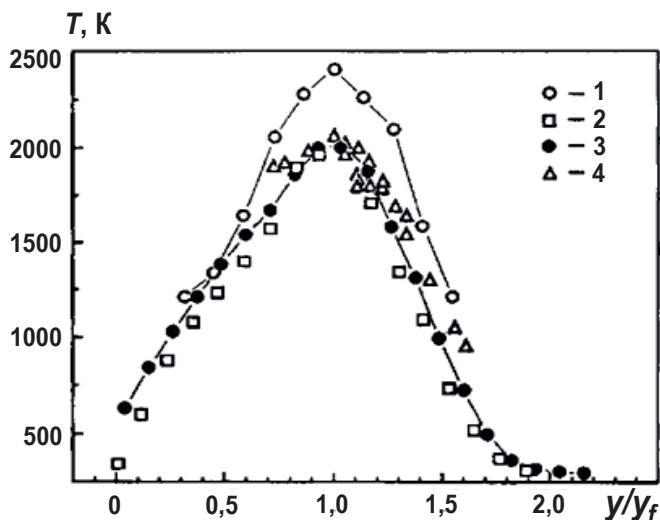


Рис. 3.2. Результаты измерения температуры при горении водорода (1) и спирта (2—4) в воздушном потоке: 1, 2 — измерения с помощью термопары соответственно в пограничном слое над плоскостью и вблизи сферы; 3 — данные ЛИФ для лобовой точки

Видно, что температуры, измеренные разными методами, при $y = y_f$ удовлетворительно совпадают и близки к значению температуры при горении в пограничном слое над плоскостью. Температуры водородовоздушного пламени (1), превышающие температуру плавления платины, получены из пирометрических измерений с использованием молибденового зонда диаметром 0,5 мм и длиной 20 мм, ориентированного по изотерме вдоль потока. Радиационные потери такого зонда найдены при совместном его использовании с платина-платинородиевой термопарой. Опыты проведены для уточнения расстояния $2y_f = 7,3$ мм между максимумами профиля температуры пламени водорода, $T_{\max} = (2406 \pm 70)$ К, что согласуется с известными данными.

На рис. 3.3 показаны результаты измерений в пламени заранее перемешанной смеси водорода с кислородом на расстоянии 20 мм от среза горелки вблизи ее оси. Для стехиометрического состава максимальная температура $T = 3090$ К, для богатой и бедной смесей ее значение снижается.

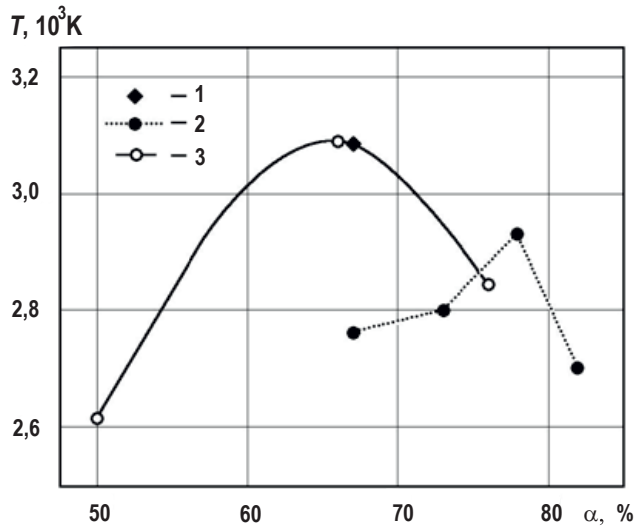


Рис. 3.3. Температура пламени водорода с кислородом:
1, 2 — литературные данные; 3 — полученные методом ЛИФ

3.2.2. Измерение температуры лазерной плазмы с помощью скачка потенциала мишени

Одним из важнейших параметров лазерной плазмы является ее электронная температура, определение которой связано с достаточно трудоемким и длительным процессом. Широко известный способ — метод электрических зондов — имеет ряд недостатков. Например, зонд может вносить возмущения в исследуемую плазму, а также он не пригоден для экспрессного измерения электронной температуры лазерной плазмы в лазерно-плазменных установках (например, в лазерном источнике ионов).

В работе [38] предлагается способ измерения электронной температуры, заключающийся в измерении величины потенциала, возникающего на мишени при образовании лазерной плазмы и ее определении по формуле:

$$kT_e = BeV,$$

где kT_e — электронная температура плазмы; V — величина потенциала мишени; e — элементарный заряд; B — константа, зависящая от атомного веса материала мишени и величины плотности потока лазерного излучения.

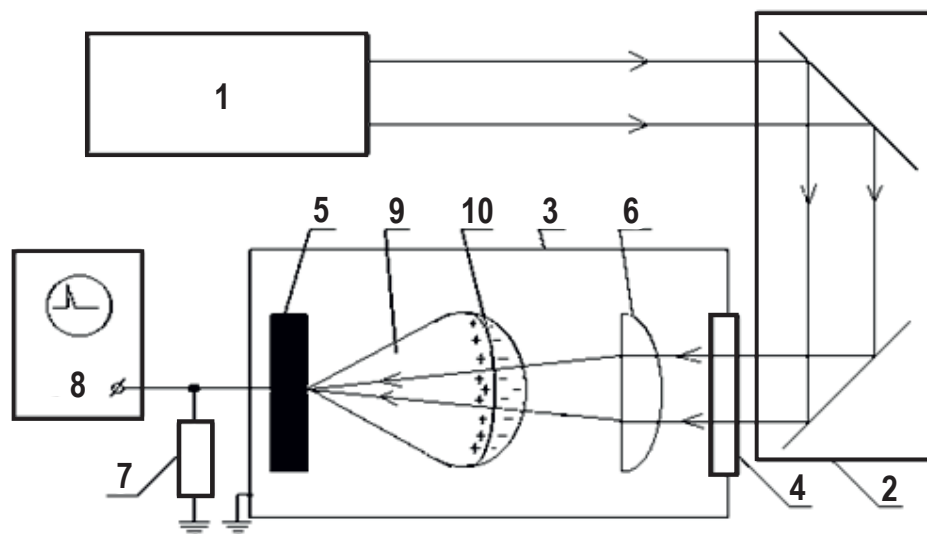


Рис. 3.4. Экспериментальная установка для измерения температуры плазмы

На рис. 3.4 приведена схема экспериментальной установки, на которой проводились измерения. Она состоит из лазера 1, системы зеркал 2 для ввода излучения лазера в камеру, вакуумной камеры 3, входного окна 4, мишени 5, фокусирующей линзы 6, нагрузочного сопротивления 7 и запоминающего осциллографа 8. При фокусировке лазерного излучения с помощью линзы 6 на поверхность твердой мишени 5 из проводника, которая установлена в вакуумной камере 3, происходит образование плазмы 9, имеющей в начальный момент потенциал, равный потенциалу мишени V_0 . Вследствие более высокой подвижности, электроны уходят из плазменного сгустка, вследствие чего как плазма, так и мишень приобретают определенный потенциал $V_1 > V_0$. На границе плазмы с вакуумом образуется своеобразный плазменный конденсатор 10, разность потенциалов, на обкладках которого $V = V_1 - V_0$. Величина V определяется параметрами плазмы и может быть найдена из условия равенства электронного и ионного тока через границу плазмы.

В предположении максвелловского распределения электронов по скоростям и равенства электронной и ионной температуры, которые достаточно хорошо выполняются для лазерной плазмы при плотностях потока, Вт/см²,

$$Q < 10^{13}/\lambda^2,$$

где λ — длина волны лазерного излучения в мкм; величина V соответствует плавающему потенциалу плазмы:

$$V = kT_e \frac{\left| \ln \left(\pi \frac{m_e}{2m_i} \right) \right|}{2e}, \quad (3.3)$$

где m_e , m_i — массы электрона и иона соответственно.

Отсюда

$$kT_e = BeV,$$

где

$$B = |2/\ln(\pi m_e/2m_i)|.$$

Таким образом, измеряя величину V , можно определить температуру лазерной плазмы kT_e при плотностях потока $Q < 10^{13}/\lambda^2$, Вт/см².

В работе проводилось определение температуры плазмы, создаваемой излучением лазера с длиной волны $\lambda = 10,6$ мкм, при плотности потока $Q = 2 \cdot 10^9$ Вт/см² на мишенях из углерода, меди, циркония, тантала, свинца. Мишени устанавливались в вакуумной камере и заземлялись через сопротивление $R_n = 1$ МОм, сигнал с которого подавался на вход осциллографа. Величина R_n должна быть достаточно большой, чтобы выполнялось неравенство:

$$R_n \gg r,$$

где r — общее сопротивление плазмы, мишени, соединительных проводов (экспериментально подбирается по получению максимального сигнала V).

При воздействии лазерного излучения на мишень, на ней регистрировался потенциал V , величина которого соответствует разности потенциалов двойного слоя, образующегося на границе плазмы с вакуумом. В пределах экспериментальной ошибки, которая составляла 30 %, V оказалась пропорциональна $Q^{2/3}$, что соответствует зависимости kT_e от Q . Плотность потока лазерного излучения в эксперименте менялась как с помощью расфокусировки луча лазера (энергия лазерного излучения постоянна), так и с помощью калиброванных фильтров (диаметр пятна фокусировки фиксирован). Абсолютные значения kT_e , определенные по данной методике, совпадают с результатами измерений kT_e , полученными с использованием других методик.

Для повышения точности измерения κT_e , коэффициент B , который вследствие ускорения ионов в двойном слое на границе плазмы может зависеть не только от атомного веса материала мишени, но и от плотности потока, может быть нормирован при различных Q с использованием других методик.

В зондовой методике невозможно определить электронную температуру достаточно быстро, поскольку необходимо строить кривую зондовой характеристики плазмы, по которой определяется ее электронная температура (необходимо множество измерений). Для предлагаемого способа достаточно одного измерения величины потенциала мишени V , по которой и определяется температура κT_e , что намного повышает скорость измерения электронной температуры лазерной плазмы. Это очень важно, например, для совершенствования различных импульсных лазерно-плазменных установок (лазерные источники многозарядных ионов для ускорителей, лазерная масс-спектрометрия и т. д.).

3.3. Методы измерения высоких импульсных температур

3.3.1. Измерение температуры детонационного фронта в пористом взрывчатом веществе

При прохождении детонационного фронта по взрывчатому веществу (ВВ) его световое излучение часто имеет неравновесный характер. Такой характер излучения может быть связан с люминесценцией кристаллов ВВ. Свечение газовых пор в ВВ также может вносить существенный вклад в яркостную температуру детонационного фронта, что и определяет наблюдаемые завышенные результаты по определению температуры фронта для ряда ВВ.

Неравновесный характер излучения фронта детонации можно объяснить наличием двух источников излучения с различной температурой. Один из них — продукты взрыва, другой — сильно сжатые воздушные поры. В работе [40] проведено измерение яркостной температуры детонационного фронта в прессованных шашках тэна различной плотности. На основании полученных результатов определено нижнее значение температуры сжатого в порах воздуха.

Обычно для определения яркостной температуры светового излучения детонационных и ударных волн используют оптические пироме-

тры с фотоэлементами или фотоэлектронными умножителями. Свет на них подается с помощью объектива через интерференционные светофильтры. Выгодно использовать менее распространенный способ передачи света с помощью оптических волокон. При длине кварцевого оптического волокна несколько десятков метров по нему практически без искажений передаются световые сигналы с длиной волны от 300 нм. Применение оптических волокон существенно упрощает проведение взрывных экспериментов, так как отсутствует боковая подсветка оптических регистраторов и не требуется тщательного контроля канала передачи света.

Схема экспериментов приведена на рис. 3.5. Применялись волокна с диаметром проводящей свет сердцевины 200 мкм. Торец оптического волокна располагался на расстоянии нескольких десятых долей миллиметра от поверхности ВВ. Свет детонационного фронта через линзы и интерференционные и нейтральные светофильтры передавался на фотокатоды двух ФЭУ типа СНФТ-8 М. Максимумы длин волн пропускания интерференционных светофильтров имели значения $\lambda = 487$ и 678 нм с полушириной полосы 12 нм. Сигналы записывались на быстродействующие осциллографы типа С9–4 А. Результирующее временное разрешение регистрирующей системы по фронту сигналов составляло 2 нс. Шашки тэна диаметром 20 мм, высотой 40 мм изготавливались методом холодного прессования из частиц размером 25–30 мкм.

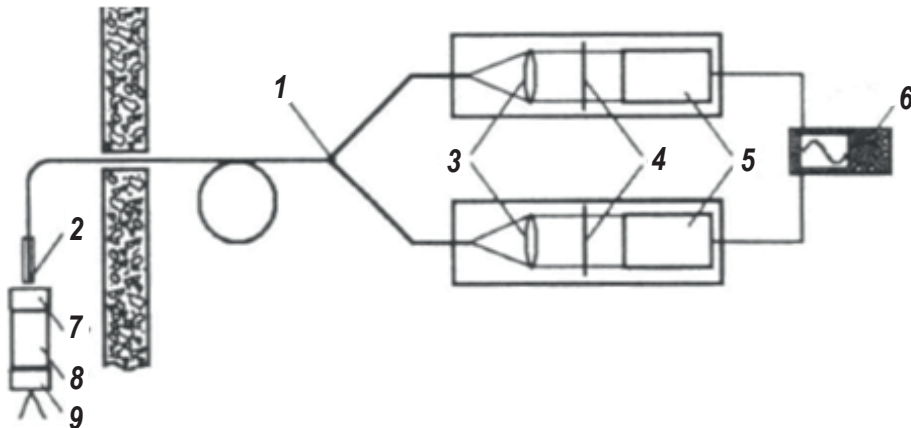


Рис. 3.5. Схема экспериментов: 1 — волоконный световод; 2 — торец волокна; 3 — линзы; 4 — интерференционные светофильтры; 5 — ФЭУ; 6 — осциллограф; 7 — шашка тэна; 8 — шашка гексогена; 9 — детонатор

Опыты были проведены с пятью шашками ВВ с относительной объемной концентрацией воздушных пор $K = 0,0047-0,147$. Инициирование детонации тэна осуществлялось с помощью электродетонатора с промежуточными шашками из гексогена высотой 40 мм. Приближение детонационного фронта к поверхности ВВ определяло экспоненциальное нарастание яркости его свечения за счет уменьшения слоя невзорвавшегося ВВ (рис. 3.6). Момент выхода фронта детонации на поверхность ВВ определялся на осциллограммах с точностью в несколько наносекунд по резкому спаду яркости свечения.

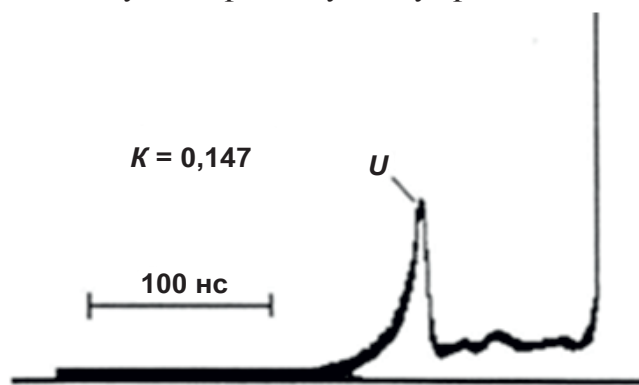


Рис. 3.6. Осциллограммы сечения детонационного фронта на длине волны 677 нм

Значения яркостной температуры фронта T были получены из осциллограмм с использованием величины сигналов измеренных значений U и калибровки U_1 по классической формуле Планка:

$$\frac{U}{U_1} = \frac{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T_{\text{эт}}}\right) - 1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1}, \quad (3.4)$$

где $C_2 = 1,4388 \cdot 10^{-2} \text{ м} \cdot \text{К}$; U_1 — сигнал на осциллографе при калибровке измерительной системы; $T_{\text{эт}}$ — температура эталонного источника света, в качестве которого использовался промежуточный эталон яркостной температуры на основе лампы-вспышки типа ИФК-50.

При таком подходе относительная ошибка в определении яркостной температуры не превышала $\pm 5\%$. Полученные значения яркостной температуры для двух длин волн, соответствующие максимумам

полосы пропускания интерференционных светофильтров, показывают, что яркостная температура фронта детонации в пористом тэне в синей области спектра выше, чем в красной. Тенденция роста температуры с увеличением пористости сохраняется вплоть до $K = 0,1$.

Рассмотрим, может ли тепловое излучение воздушных пор, сжатых в ударной волне, давать такой вклад в яркостную температуру фронта детонации. В этих порах могут образовываться опережающие детонационный фронт струи из продуктов взрыва [11]. Поэтому поры будут существовать, по крайней мере, не дольше того времени, которое потребуется детонационному фронту для прохождения пути по ВВ, равного размеру пор. На этом основании будем считать, что в свечение детонационного фронта вносит вклад монослой пор, расположенный перпендикулярно распространению фронта. Без учета поперечного сжатия пор при их равномерном распределении по объему площадь светящегося слоя пор (S) будет численно равна K .

Полагая, что световое излучение в порах и кристаллах тэна носит тепловой характер, оценим яркостную температуру пор из выражения:

$$\frac{1-S}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T_0}\right)-1} + \frac{S}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T_b}\right)-1} = \frac{1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right)-1}. \quad (3.5)$$

Здесь T_b — яркостная температура пор; T_0 — яркостная температура фронта детонации кристаллического тэна; $T(T_{487}, T_{673})$ — экспериментальные значения яркостной температуры фронта на соответствующих длинах волн ($\lambda = 487$ и 678 нм).

Используя известные значения температуры кристаллического тэна $T_0 = 4100$ К, можно вычислить яркостную температуру пор T_b . Ее значения в диапазоне $K = 0,0047-0,1$ близки на двух длинах волн и превышают 10^4 К.

3.3.2. Измерение температуры при импульсном нагреве тугоплавких металлов и графита по излучению модели черного тела

Метод импульсного нагрева проводников электрическим током получил широкое распространение при измерении теплофизических свойств металлов и сплавов в твердом и жидком состояниях в области высоких температур и давлений. Благодаря кратковременности нагрева появилась возможность избежать погрешностей измерений, характерных для стационарных методов при температуре выше 2000 К и связанных с взаимодействием исследуемых образцов с окружающей газовой средой

и контактирующими материалами (тиглями при исследовании расплавов и др.), а также потерей тепла излучением и испарением. При быстром нагреве расплавленный образец может сохранять свою геометрию в течение времени, достаточном для измерения теплофизических свойств ряда расплавов металлов при значениях температуры до 5000 К и выше.

Особый интерес для измерения температуры в импульсных экспериментах представляют фотоэлектрические методы. Основу этих измерений образует связь интенсивности излучения и температуры тела, описываемая законом Планка.

Наиболее точным и часто применяемым оптическим методом измерения температуры проводника при применении импульсного нагрева является вариант измерения быстродействующим спектральным пирометром по излучению модели черного тела, расположенной в образце [41, 42]. Метод удобен при использовании трубчатых образцов, в которых модель черного тела реализуется изготовлением в боковой стенке трубки отверстия, на которое визируется оптический пирометр. Такой вариант использовался, в частности, в работах Национального бюро стандартов США. В этом случае применялись образцы в виде трубки длиной 60–100 мм, внешним диаметром 6 мм и толщиной стенки 0,5 мм. В средней части трубки находится отверстие прямоугольной формы $1 \times 0,5$ мм, служащее моделью черного тела с эффективной излучательной способностью, близкой к единице. Температура образца измеряется быстродействующим монохроматическим пирометром с длиной волны 650 нм. Пирометр проградуирован по стандартным температурным лампам с вольфрамовой лентой от 1500 до 2500 К. Такая методика измерения температуры применима для субсекундных импульсов при скорости нагрева около 3000 К/с и используется для исследования свойств металлов и сплавов в твердом состоянии с частичным заходом в жидкое состояние.

Для достижения более высоких температур (5000 К и выше) необходимо использовать нагрев в милли- и микросекундном диапазонах, для чего применяют образцы в виде проволок диаметром 0,1–1,5 мм или тонких полосок. В этом случае изготовление модели черного тела в исследуемом образце становится проблематичным. Тем не менее Лебедевым С. В. и его сотрудниками в Институте высоких температур Академии наук (ИВТ РАН) было найдено удачное решение. Для изучения свойств ниобия до 5000 К и тантала до 4100 К в расплавленном состоянии образцы были изготовлены в виде трубок диаметром 1 мм из фольги металлов толщиной 0,013 мм. В эти трубки были вставлены

стеклянные световоды диаметром ~ 1 мм. Второй конец трубки был закрыт, чтобы создать модель черного тела. Излучение черного тела по световоду подавалось на фотодиод через интерференционные светофильтры с длиной волны 600 и 800 нм.

В дальнейшем в Институте высоких температур РАН была разработана оригинальная конструкция клиновидной модели черного тела для случая, когда исследуемый проводник является весьма жестким или хрупким (например, графит), что затрудняет изготовление тонкостенной трубчатой модели черного тела. Клиновидная модель черного тела (рис. 3.7) состоит из двух полосок исследуемого проводника длиной 30, шириной 2 и толщиной 0,02–0,05 мм. Края двух полосок с одной стороны соединены по всей длине, а между двумя противоположными краями полосок имеется зазор 60–100 мкм. В зазор вставлен световодный жгут, имеющий 20–80 волокон диаметром 50 мкм, так, чтобы его волокна были расположены в один ряд в виде веера в зазоре между полосками на глубину 0,3 мм и находились посередине длины полосок. Такая конструкция клиновидной модели черного тела по оценке авторов имеет степень черноты около 0,99. Световые сигналы от световодов проходили через интерференционные светофильтры с длиной волны 600 и 800 нм и попадали на кремниевый фотодиод. Чтобы лепестки модели черного тела не деформировались при высоких температурах, они имели по всей длине выпуклость наружу. Благодаря применению клиновидного черного тела, были исследованы теплофизические свойства в твердом и жидком состояниях гафния до 5000 К, циркония до 4100 К, вольфрама до 5600 К и графита до 5500 К.

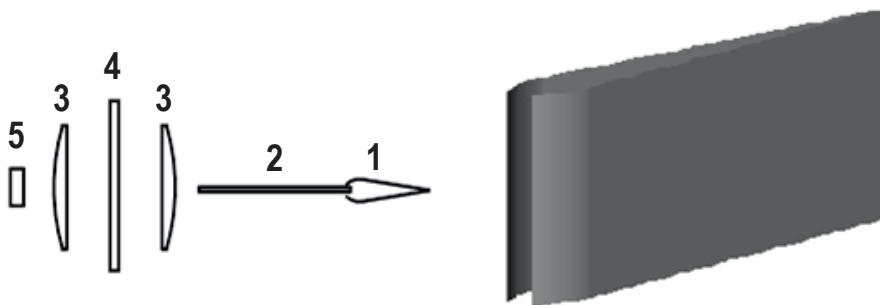


Рис. 3.7. Схема для регистрации излучения двухленточной модели черного тела, изготовленной из двух полосок металла: 1 — двухленточная модель черного тела (поперечное сечение), обе металлические ленточки выгнуты наружу; 2 — световод состоит из 50 жил, каждая диаметром 50 микрон, с правой стороны жилы распределены в один слой вдоль зазора полости черного тела, с левой стороны световода жилы собраны в круг; 3 — линзы; 4 — интерференционный светофильтр; 5 — PIN-фотодиод

В опытах применялось однократное нагревание импульсом электрического тока длительностью 1–5 микросекунд на воздухе (контрольные опыты для металлов) и в твердой оболочке (для графита). Использовалась конденсаторная батарея в малоиндуктивном исполнении с запасаемой энергией 20 кДж. Испытуемые образцы представляли собой металлические фольги (толщиной ~20–50 мкм для металлов и ~200 мкм для графита). Не было необходимости принимать во внимание тепловые потери и химические реакции из-за короткого времени эксперимента (1–5 мкс). Благодаря такому короткому времени нагрева электрический разряд вдоль поверхности металлов в воздушной атмосфере не появлялся (вплоть до ~6000 К) даже при исследовании вольфрама. Попытки нагреть графитовые образцы в течение десятка микросекунд при давлении воздуха 1 атм оказались неудачными. Шунтирующий разряд вспыхивал вдоль графита при удельной введенной энергии 8–9 кДж·г⁻¹, т. е. еще до плавления. Шунтирующий разряд появлялся вокруг образца, прерывая нагрев самого образца графита. Поэтому использовали твердую изолирующую оболочку вокруг образца до начала его нагревания с целью снижения сублимации графита и быстрого повышения давления, что в дальнейшем способствовало измерению удельных свойств жидкого углерода.

При кратковременном нагреве (1–5 микросекунд) тепловые потери пренебрежимо малы, поэтому расчет введенной удельной энергии E , поглощенной единицей массы графита (джоулево тепловыделение), производился по измеренному току I и напряжению U .

$$E(t) = \int_0^t \left[\frac{I^2(t) \cdot R(t)}{m} \right] dt, \quad (3.6)$$

где m — масса образца; I — ток; $R(t)$ — электрическое сопротивление, которое рассчитывалось по формуле:

$$R(t) = \frac{\left[U(t) - L \left(\frac{dI}{dt} \right) \right]}{dI},$$

где U — напряжение на образце; L — индуктивность образца.

Диагностическое оборудование включало цифровой 4-канальный осциллограф Tektronix TDS-754C для регистрации сигналов напряжения и тока, а также быстродействующий пирометр.

Основными компонентами пирометра являлись: кремниевый PIN-фотодиод, интерференционный светофильтр с полушириной пропускания 16 нм на длине волны 900 нм, две линзы, трансимпедансный усилитель и стеклянный световод. Используется гибкий стеклянный световод, имеющий 40–80 жил диаметром 50 мкм каждая. Эти жилы распределяются в один слой около зазора и вставляются внутрь модели черного тела. Отношение глубины модели черного тела (1,2 мм) к зазору (около 60 микрон) составляет 20. Чтобы продлить «жизнь» модели, обе полоски фольги выгнуты наружу. В этом случае, при используемой скорости нагревания, работоспособность модели обеспечивается до 4000 К и выше.

Время установления пирометра с точностью 1 % составляло 12 наносекунд. Один и тот же пирометрический сигнал подавался на два канала цифрового осциллографа различной чувствительности. Чувствительность одного из каналов устанавливалась таким образом, чтобы можно было регистрировать с хорошим разрешением температурное плато при плавлении металлов или графита, например, для циркония (температура плавления 2128 К). Сигнал этого канала был ограничен по температуре до $T \sim 2300$ К. Второй канал (низкой чувствительности) записывал спектральную яркость излучения до температур 4000 К и более. Сшивка обоих сигналов позволяла получить одну гладкую кривую с большим динамическим диапазоном. Линейность пирометра (до выходного напряжения 1,8 В) проверялась при регистрации спектральной плотности излучения светодиода АЛ — 124 А, имеющего линейную зависимость мощности излучения от тока, протекающего через излучающий диод.

Следующим шагом была калибровка сигнала фотодиода по температуре. Начало температурного плато при плавлении образца из металла (температура плавления которого известна) использовалось как точка калибровки при регистрации температур выше точки плавления. Если образец представлял собой модель черного тела, то рассчитывалась истинная температура (по закону Планка). Температуры плавления металлов использовались как реперные точки при последующих нагревах графитовых образцов в тех же условиях. Работоспособность модели черного тела данной конструкции ранее была проверена при получении теплофизических свойств (теплоемкости, энтальпии, электросопротивления) жидкого циркония от точки плавления до 4100 К и сравнением с равновесными данными.

Ряд проблем по плавлению графита был решен: образцы в виде плоских полосок размещались в твердой изолирующей среде (канадский бальзам) между двумя стеклянными пластинами. Это предотвращало сублимацию графита при высоких температурах (3000–10 000 К). Температурные измерения выполнялись по излучению поверхности графитовой полоски (α -плоскость) на длине волны 900 нм. Температура рассчитывалась при помощи уравнения Планка. Калибровка сигнала пирометра производилась при введенной удельной энергии $9,1 \text{ кДж} \cdot \text{г}^{-1}$, соответствующей температуре графита 4500 К. Предполагалось, что выше 4500 К излучательная способность графита постоянна и не зависит от температуры.

В результате удовлетворительное совпадение имело место для точек перегиба на сигнале напряжения (электросопротивление) и сигнале пирометра (температура) во время плавления образца графита (рис. 3.8, 3.9). Полное время нагрева — 1,5 мкс. Графитовая полоска ($1 \times 10 \text{ мм}$, толщина 0,3 мм) размещалась между двумя толстыми стеклами. Начало и окончание плавления отмечены стрелками на кривой напряжения U . Литературные данные показаны полыми квадратами. Температуры в диапазоне 6000–12 000 К измерены в предположении, что излучательная способность от 4500 К до 12 000 К не изменялась.

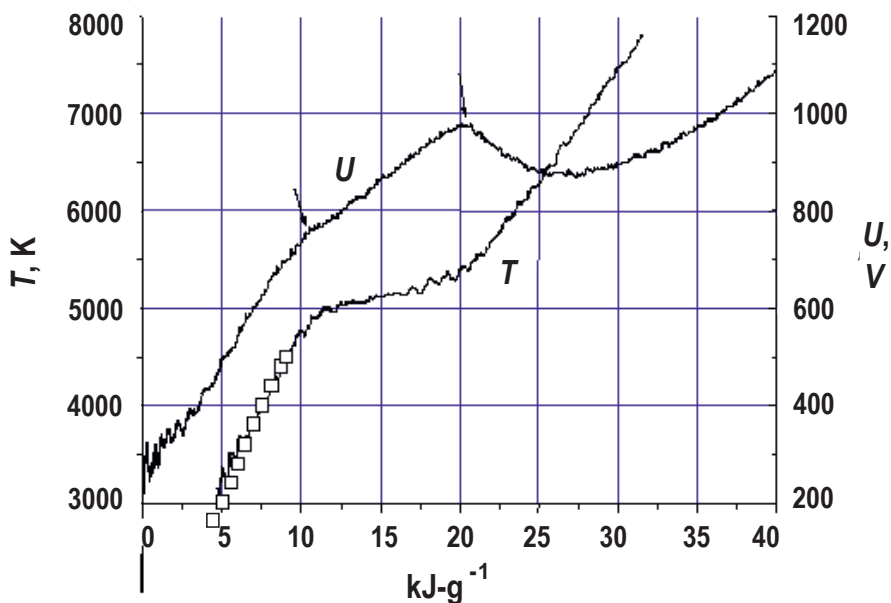


Рис. 3.8. Плавление высокоориентированного пиролитического графита. Показаны сигналы напряжения U (на электросопротивлении образца) и пирометра T (температура)

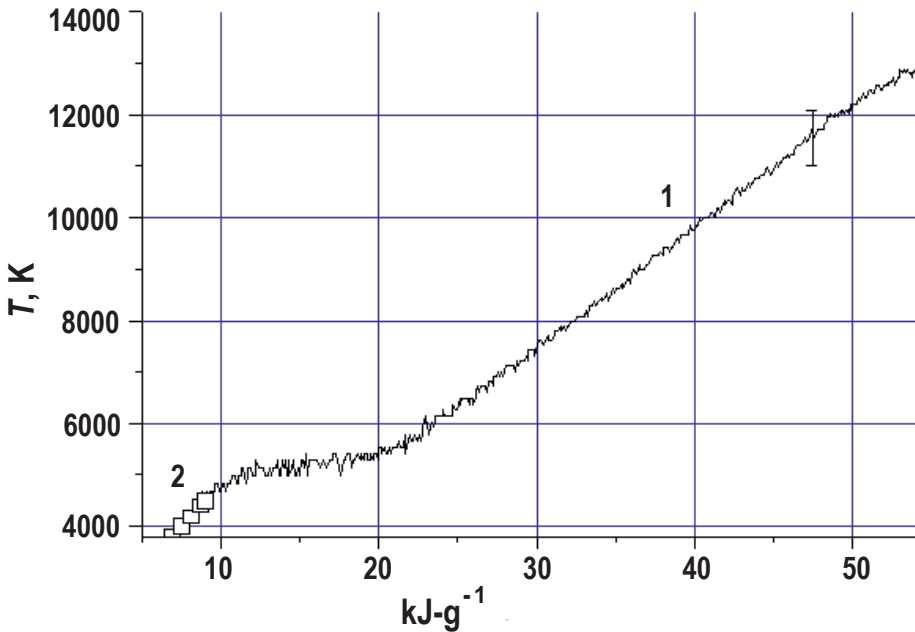


Рис. 3.9. Температура твердого и жидкого углерода в зависимости от удельной введенной энергии: 1 — ошибка температурных измерений (± 500 K) показана выше 10000 K; 2 — полые квадраты — литературные данные импульсных измерений (десятки микросекунд) для графита в твердом состоянии

Новая клиновидная двухленточная модель черного тела является очень полезной для исследования свойств металлов и жидкого углерода. Особенно она будет полезна для образцов, сделанных из закаленных сталей и графита, которые невозможно деформировать для изготовления полости черного тела в виде трубки малого диаметра.

Предварительные эксперименты выполнены с клиновидной моделью черного тела, изготовленной из двух графитовых полосок (HOPG). В качестве точки калибровки использовалось температурное плато плавления вольфрамовой модели черного тела, изготовленной из вольфрама высокой чистоты. В обоих случаях полости моделей до начала нагрева заполнялись эпоксидным клеем с использованием одного и того же световода. Пирометр регистрировал точку плавления вольфрамовой модели черного тела для известной температуры плавления (3690 K), которая использовалась для калибровки сигнала пирометра при последующем нагреве графитовой модели черного тела. Как оказалось, температура плавления графита в этих услови-

ях равна 4800 ± 200 К. Эта величина соответствует другим известным экспериментальным данным: $4600\text{--}5000$ К (давление $\geq 0,1$ кбар). В случае исследования графита быстрое нагревание предпочтительнее, так как образец находится при высокой температуре только короткий период времени, что минимизирует количество сублимированного графита.

3.3.3. Метод быстродействующего спектрального пирометра и излучательной способности поверхности

При отсутствии модели черного тела необходимы сведения о температурной зависимости спектральной излучательной способности для исследуемого проводника в твердом и жидком состояниях. Такая информация определяется в стационарных условиях. Между тем температурные зависимости спектральной излучательной способности металлов, исследуемых в импульсном и стационарном методах, могут отличаться из-за различия состояния поверхности исследуемых образцов. Шероховатость поверхности и оксидная пленка на ней могут изменяться в процессе нагрева. Кроме того, еще нет доказательств, что результаты измерения температурной зависимости $\epsilon_\lambda = f(T)$, полученные стационарными методами, будут совпадать с неравновесными измерениями при высоких скоростях импульсного нагрева. При импульсном нагреве может наблюдаться пик излучения в начале плавления, когда шероховатая поверхность переходит в оптически ровную поверхность образующегося расплава. В неравновесных процессах плавление протекает неизотермично и в результате «температурная полочка плавления» превращается в наклонную кривую. Это приводит к изменению излучательных свойств во время плавления и радиальному градиенту температур в образце. В последнее время благодаря разработке нового быстродействующего рефлектометрического метода измерения ϵ_λ поверхности проводника появились новые данные о влиянии скорости нагрева и охлаждения на предполагаемое значение ϵ_λ .

Избежать отмеченных трудностей в измерении истинной температуры поверхности проводника при импульсном нагреве удалось благодаря разработке новых методов быстрого измерения ϵ_λ метрологическими институтами США, Италии и Японии. Суть этих методов заключается в том, что на одинаковой длине волны быстродействующим спектральным пирометром выполняются одновременные

измерения и нормальной спектральной излучательной способности поверхности исследуемого образца, и яркостной температуры. По этим данным с использованием закона Планка определяется истинная температура поверхности образца. Предложены два метода быстрого измерения ε_λ : метод лазерной поляриметрии и метод рефлектометрии [43].

В методе лазерной поляриметрии ε_λ определяется по изменению поляризации отраженного от поверхности нагреваемого образца модулированного поляризованного лазерного излучения с применением уравнения Френеля и закона Кирхгофа. Проведены специальные исследования на метрологическом уровне, которые были посвящены сравнению результатов измерений ε_λ молибдена и вольфрама двумя методами при температурах 2000–2800 К на трубчатых образцах, имеющих модель черного тела. Одновременно в импульсном субсекундном нагреве двумя способами были измерены ε_λ : по модели черного тела и методом лазерной поляриметрии. В последнем случае использовался модулированный луч He-Ne-лазера с длиной волны 633 нм. Отраженный от поверхности образца поляризованный и модулированный луч анализировался поляриметром, по данным которого рассчитывалась спектральная отражательная способность для $\lambda = 633$ нм и согласно закону Кирхгофа определялась ε_λ . Во втором методе истинная температура трубчатого образца измерялась быстродействующим монохроматическим пирометром ($\lambda = 650$ нм) по модели черного тела, а яркостная температура поверхности образца — одновременно двумя спектральными быстродействующими пирометрами на длинах волн 624 и 656 нм. Яркостная температура для $\lambda = 633$ нм определялась интерполяцией. Исследуемые образцы нагревали в вакууме. Измерения ε_λ молибдена и вольфрама двумя методами дали практически совпадающие результаты, которые отличаются на 0,3–0,7 %. Этим подтверждается, что надежность измерений новым методом лазерной поляриметрии сравнима с наиболее точными измерениями по данным яркостной и истинной температур.

В методе быстродействующей рефлектометрии измеряется полусферическая спектральная отражательная способность поверхности плоского образца путем сравнения ее с отражательной способностью эталонного образца из BaSO_4 при помощи модуляции падающего лазерного излучения. По этим данным согласно закону Кирхгофа определяется ε_λ — нормальная спектральная излучательная способность.

Одновременно на той же длине волны измеряется яркостная температура поверхности исследуемого образца быстродействующим пирометром. По ε_λ и яркостной температуре находят истинную температуру поверхности. Метод рефлектометрии реализован для измерения температуры ниобия в виде полосок длиной 85 мм, шириной 10 мм и толщиной 0,5 и 1 мм в интервале 1100–2700 К. Измерения ε_λ и яркостной температуры поверхности быстродействующим пирометром осуществлялись на длине волны $\lambda = 900$ нм. Описанным методом были измерены истинная температура и температурные зависимости теплоемкости, электросопротивления и интегральной полусферической излучательной способности ниобия. Эти данные практически совпадают с результатами, полученными для ниобия на трубчатом образце, когда истинная температура измерялась пирометром по модели черного тела. Тем самым утверждается, что по точности новый метод сравним с наиболее точным методом, в котором применяется модель черного тела. Одновременно было показано, что рефлектометрический метод можно использовать для исследования влияния на ε_λ скорости нагрева и охлаждения, взаимодействия с окружающей газовой средой, а также влияния и других факторов. Было обнаружено, что ε_λ ниобия в интервале температур 300–2700 К имеет различные температурные зависимости при скоростях нагрева 130–640 К/с и 1500–2600 К/с, а также при нагреве и охлаждении образца. Такое различие авторы объясняют образованием и разрушением оксидной пленки на поверхности ниобия в зависимости от температуры и скорости нагрева-охлаждения в вакууме $\sim 10^{-3}$ Па.

Возможно, что применение новых методов быстрого измерения ε_λ в импульсном нагреве позволит решить проблему измерения температуры проводников и при более высоких скоростях нагрева без использования моделей черного тела, хотя в настоящее время их применение ограничено субсекундным нагревом. Перспективными являются также новые методы для исследования зависимости ε_λ от скорости нагрева и других факторов. В то же время следует отметить вероятность отличия измеряемой такими методами температуры поверхности проводника от среднеобъемной в области неравновесных фазовых переходов первого рода, так как при быстром нагреве в проводнике может образоваться радиальный градиент температуры, будет сказываться скинэффект, может возникнуть разница температур между электронами и ионами решетки и др.

3.4. Методы визуализации температурных полей

3.4.1. Лазерно-телевизионная система исследования поля температур конвективных потоков

Оптические методы, в которых для визуализации температурного поля используется зависимость показателя преломления от температуры, обладают известными достоинствами. Прежде всего они не искажают температурного поля и не имеют инерционных погрешностей, что позволяет выполнять точные измерения, например, нестационарных и быстро протекающих процессов в жидкостях и газах. Это достигается благодаря возможности регистрации всего температурного поля на одном кадре либо фотографии. По сути оптические методы дают поле показателей преломления, которое путем последующих расчетов преобразуется в поле температур. Несомненный интерес для исследований представляют телевизионные измерительные системы, реализующие данный принцип и использующие излучение лазера в качестве источника света [44].

Экспериментальные исследования проводились с помощью лазерно-телевизионной системы (ЛТС), состоящей из источника света (лазер $\lambda = 0,63$ мкм), теневой телевизионной камеры и персонального компьютера. Процессы конвекции изучались в оптической ячейке, заполненной дистиллированной водой. Источником теплового потока служил резистор, через который пропусклся постоянный ток. Для контроля температур использовалась термопара.

Исследования показали, что построение ЛТС по методу Теплера позволяет непосредственно наблюдать изображение конвекционных потоков в реальном масштабе времени, производить измерения скорости и изучать различные тепло- и гидродинамические эффекты этого явления.

Как видно из рис. 3.10, достаточно хорошо визуализируются те области среды, коэффициент преломления которых изменяется вследствие теплопередачи от поверхности резистора.

Важным аспектом изучения предельных возможностей ЛТС является чувствительность метода. Во многих работах чувствительность связывается с длиной фокусного расстояния рабочего объектива. Преимущества использования длиннофокусных объективов заключаются лишь в возможности увеличения визуализирующего экрана и умень-

шения критичности его установки, что, по данным исследований [44], не актуально для телевизионной ПЗС-матрицы.

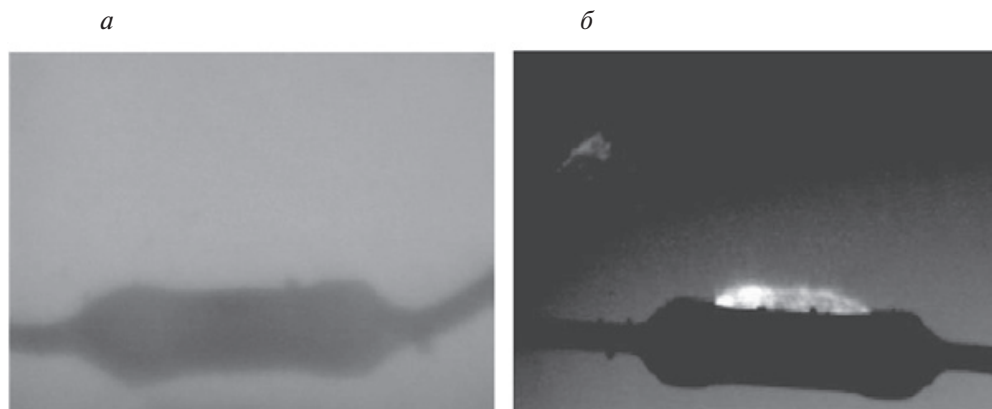


Рис. 3.10. Визуализация конвекционных потоков (вода; метод Теплера):
a — исходное изображение ($P = 0$, $T_c = 21^\circ$); *б* — теневое изображение
 ($P = 0,6$ Вт, $T_c = 32^\circ\text{C}$)

Для количественной оценки температур визуализированных конвекционных потоков был реализован метод расфокусированных решеток. В экспериментах использовалась точечная решетка с отношением периода F к диаметру точки, равным 2. Методика проведения исследований включала последовательную запись и сравнение дифракционных изображений решетки в отсутствие конвекционных потоков и при их наличии. Типичные примеры приведены на рис. 3.11.

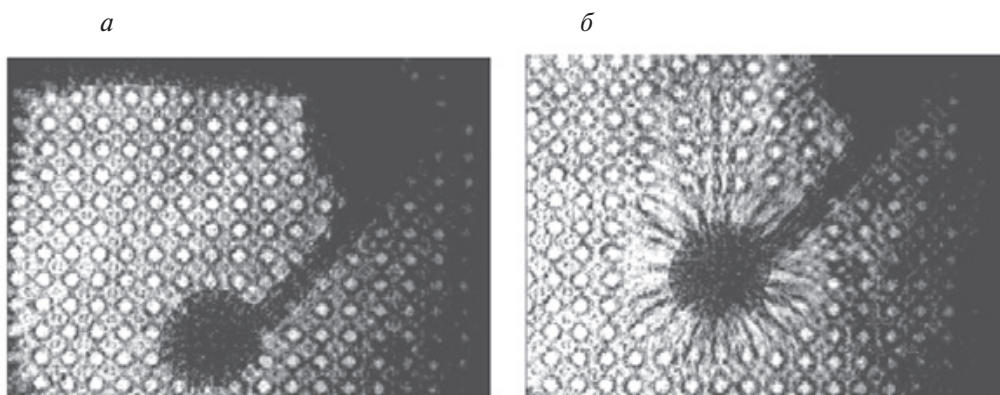


Рис. 3.11. Визуализация конвекционных потоков в методе расфокусированных решеток (вода): *a* — невозмущенное поле;
б — конвекционный поток ($P = 0,1$ Вт)

По смещению тени штриха решетки на экране можно найти угол отклонения света от неоднородности. В силу одномерности решетки измеряется не сам угол отклонения, а лишь его проекция на плоскость, перпендикулярную штрихам. По полю углов отклонения может быть определено распределение температур в конвекционном потоке. Разработана программа «ThermoVision», которая позволяет несколько упростить процесс измерения отклонений узлов решетки, а также автоматизирует процесс расчета температуры. Измерения осуществляются на основе анализа двух изображений: до и при нагреве. Изображения хранятся в файлах и загружаются пользователем по мере необходимости. Существует возможность оперативного переключения с одного изображения на другое. Измерение смещений узлов решетки производится при помощи настройки параметров виртуальной сетки, параметры которой должны полностью совпадать с параметрами решетки на изображении. При этом регулируется число узлов, смещение, шаг решетки, а также производится смещение каждого узла в отдельности. Кроме того, имеется возможность просматривать увеличенное изображение. Настройка решетки производится для каждого снимка, а затем определяется разница в координатах соответствующих узлов вспомогательной сетки. На основе этих данных и производится расчет температур конвекционных потоков. На рис. 3.12 приведен пример расчета поля температур в конвекционном потоке, создаваемом нагретым резистором в воде.

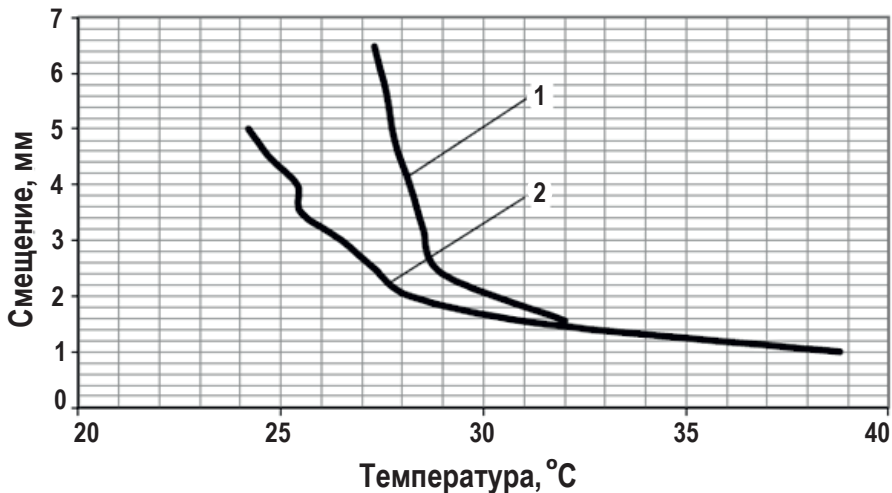


Рис. 3.12. Температурное поле конвекционного потока: 1 — измерения методом точечной решетки; 2 — измерения термопарой

Лазерно-телевизионная система исследования конвективных потоков, построенная по методу Теплера, позволяет получать изображение объектов и визуализировать конвективные потоки жидкости или газа в реальном масштабе времени. Метод расфокусированных решеток в составе ЛТС обеспечивает дистанционное определение температур конвективных потоков с лучшей достоверностью, чем контактные методы.

3.4.2. Визуализация структурно-динамических характеристик температурного поля в газовых потоках

Газовые струйные течения, в частности газовые импактные струи и факела, широко применяются в различных энергетических технологиях. Исследованию их свойств посвящено большое количество теоретических и экспериментальных работ [45; 46], базирующихся, главным образом, на квазистационарном подходе к описанию явлений переноса, включая вопросы образования когерентных структур. При этом часто физические представления строятся только на основании единичных статических термограмм, которые могут показать распределение температуры лишь в отдельно взятый момент времени. Для создания динамических моделей, соответствующих природе рассматриваемых явлений, необходимо работать с последовательностью тепловизионных кадров, и съемка при этом должна происходить с достаточно высокой частотой. Современная тепловизионная техника позволяет это сделать. Например, тепловизор SC-3000 производства компании «FLIR-Sistem» имеет временное разрешение 900 кадров/с.

В работах [47–52] приведена методика определения динамических температурных характеристик газовых потоков на основе тепловизионных фильмов. Основой для разработки представленного частотного метода идентификации структур стало положение о том, что каждой когерентной структуре свойственна своя характерная частота, связанная с ее линейным размером. В качестве объекта исследований были выбраны воздушные импактные струи, широко используемые в промышленных технологиях. Определение поля мгновенных температур происходит при помощи сетки-преобразователя температуры из тонких нитей, изготовленных из материала с низкой теплопроводностью. Сетка из фторопластовых нитей диаметром 0,3 мм и размером ячейки (2×2) мм располагалась перпендикулярно преграде таким образом, чтобы ось сопла совпадала с плоскостью сетки. Размещение такого датчика в газовом потоке не нарушает гидродинамическую структуру течения и приводит к формированию на сет-

ке распределения температуры, соответствующего температурному полю потока [48]. Трехмерные массивы из последовательности тепловизионных кадров обрабатывались по алгоритму, позволяющему построить поля распределений частоты пульсаций температуры. Следует подчеркнуть, что результаты такой обработки тепловизионных фильмов представляют собой не визуализацию потока, а визуализацию тепловых характеристик процесса (в данном случае теплообмена при ударе струи о преграду).

На рис. 3.13 показан вид рабочего участка при установке сопла: ось струи лежит в срединной плоскости сетки, диаметр экранирующей насадки 6, обеспечивающей одинаковые условия истечения, равнялся 100 мм.

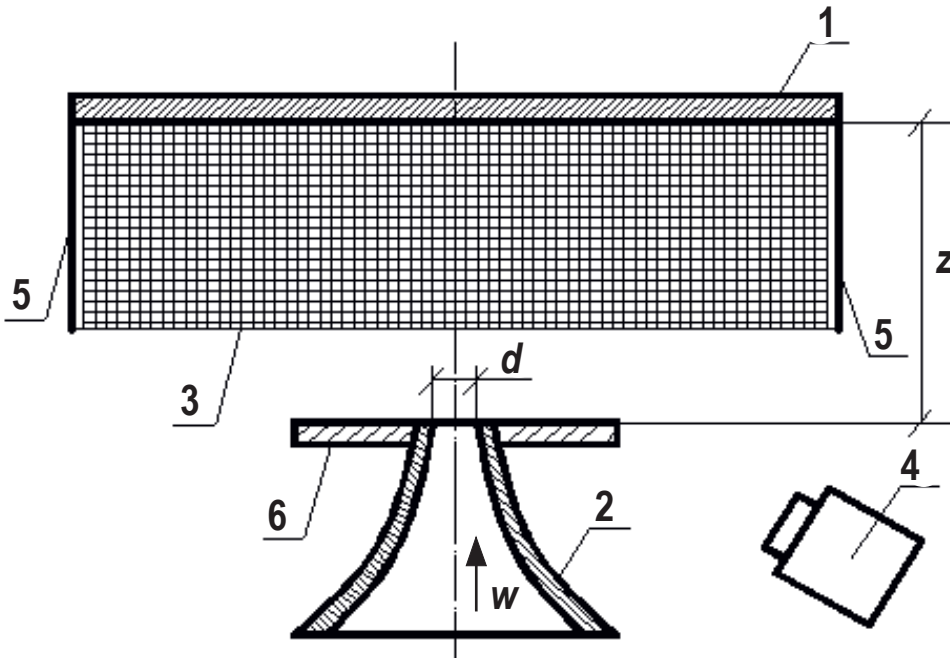


Рис. 3.13. Вид рабочего участка: 1 — преграда; 2 — сопло; 3 — сетка—преобразователь температуры; 4 — тепловизор; 5 — держатели для сетки; 6 — экранирующая насадка

Описание эксперимента. Снимался тепловизионный фильм с частотой 50 кадр/с при помощи тепловизора FLIR S65. Фильм обрабатывался отрезками по 10 секунд, которые представляли собой 3-мерный массив размерностью $240 \times 320 \times 512$, где 240×320 — разрешение матрицы тепловизора, а 512 — количество кадров.

Идентификация структур. Под структурой понимался такой элемент (область) в потоке, где контрольный параметр — температура — изменялся по единым стохастическим закономерностям. В качестве стохастических характеристик использовались распределения дисперсии температуры DT и частоты f пульсации температуры, которые определялись по нижеследующему алгоритму.

Для каждой точки (пикселя) тепловизионной матрицы строился временной ряд, состоящий из 512 элементов (число элементов равнялось количеству кадров тепловизионной съемки).

1. Для каждого ряда определялась дисперсия, затем полученные значения сводились в итоговую таблицу размерностью 240×320 , и, таким образом, получалось распределение дисперсии температуры DT , которое визуализировалось цветом.

2. Эти же временные ряды обрабатывались при помощи процедуры быстрого преобразования Фурье (каждый по отдельности), в результате чего для каждой точки получались графики изменения спектральной плотности мощности вариаций температуры (собственный спектр) $ST(f)$.

3. В каждом спектре определялась характерная частота f_m , соответствующая максимальному значению спектральной плотности ST_m .

4. Как и в случае с распределением дисперсии, полученные значения f_m также сводились в итоговую таблицу, которая визуализировалась цветом.

5. Данная процедура проводилась для каждого 10-секундного отрезка тепловизионного фильма.

Для контроля методики одновременно проводились измерения температуры газа в ряде точек исследуемой области течения малогабаритным зондом на основе медь-константановой термопары со спаем $\varnothing 0,2$ мм, а также проводилось газодинамическое зондирование потока с помощью пятиканальной пневмометрической трубки.

3.5. Измерение температуры в аппаратах высокого давления

Наличие электровводов в аппарате высокого давления (АВД) позволяет измерять температуру с помощью термопар. Давление оказывает слабое влияние на показания медь-константановой и хромель-алюмелевой термопар. В области до 10 ГПа и 800 К поправки составляют

1–2 % и ими часто пренебрегают [53]. Другой традиционный способ измерения температуры — применение термометров сопротивления. Бриджменом [54] было замечено, что изменение температурного коэффициента сопротивления с давлением для большинства металлов очень мало. Для платины [55] температурный коэффициент сопротивления повышается с давлением с очень малой и уменьшающейся скоростью (табл. 3.1). В диапазоне до 1 ГПа изменение около 0,1 %. Линейная экстраполяция на область до 10 ГПа показывает, что возможное повышение коэффициента составляет около 1,3 %. Измерение температуры термометром сопротивления будет достаточно точным, если связь между давлением и температурой слабая. Это условие выполняется в АД большого и среднего объема при локальном нагреве малой его части, например, в случае импульсного нагрева.

Таблица 3.1

**Сопротивление и температурный коэффициент платины
в зависимости от давления**

Давление, ГПа	0	0,4	0,8	1,2
Относительное сопротивление при 0 °С	1,00000	0,99224	0,98476	0,97756
при 100 °С	1,38680	1,37638	1,36618	1,35622
Температурный коэффициент	0,003868	0,003871	0,003873	0,003874

Для определения температуры достаточно измерить изменение относительного сопротивления $(\Delta R/R_0)_p$ при постоянном давлении, где R_0 определяется при начальных температуре и давлении. Таким же образом можно определить давление по изменению $(\Delta R/R_0)_T$ при постоянной температуре. Коэффициент сопротивления платины по давлению составляет около 2 % на ГПа, т. е. почти как у марганца. Начальными параметрами могут быть температура корпуса АД при атмосферном давлении. Метод может иметь применение для простейших тефлоновых ампул с электропроводами через металлические крышки [53].

С появлением в 1973 году метода флуоресценции рубина основная трудность в работе с аппаратами высокого давления с наковальнями (АДН), а именно калибровка давления, была преодолена, открывая тем самым путь широкого использования аппаратов с наковальнями для физических исследований при высоких давлениях [56]. Маленький кусочек рубина размером 10–50 мкм погружается вместе с образ-

цом в среду, передающую давление, и с помощью излучения He-Cd лазера или какого-либо другого источника сильного света возбуждается флуоресценция. Под давлением происходит сдвиг R -линии флуоресценции рубина в сторону больших длин волн, который линейно зависит от давления. Рубиновые линии очень чувствительны к температуре: наблюдается их положительный сдвиг с повышением температуры. Однако, как показали М. Ф. Щанов, С. И. Субботин [57] и Хольцапфель [6], линейность хорошо сохраняется при температуре до 550 К и барическая зависимость длины волны такая же, как и при комнатной температуре для давлений более 1,5 ГПа. Нагрев рубина можно учесть по уширению пика флуоресценции в гидростатических условиях. Для этого измерения проводят в среде инертного газа, например, аргона [58]. В зависимости от давления и температуры в процессе нагрева может происходить возрастание давления на величину до 1 ГПа.

Локальный нагрев в АВДН приводит к большим градиентам температуры. Высокая теплопроводность материала наковален и малый размер образца способствуют сильному теплообмену. На рис. 3.14 показано распределение температуры в образце, нагреваемом лучом лазера [59]. Эти температурные градиенты представляют главное препятствие в количественной оценке температуры. Необходимо обеспечить пространственное разрешение датчика температуры на уровне десятков микрон.

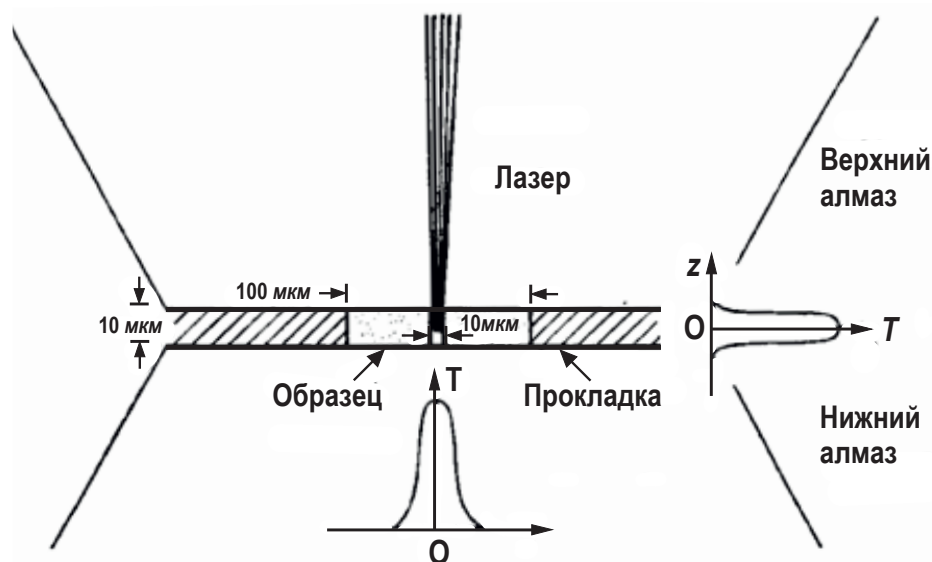


Рис. 3.14. Локальный лазерный нагрев образца в аппарате с наковальнями

Эта задача решается методами микропирометрии. Определение температуры пирометрическими методами предполагает знание излучательной способности образца ε . Часто принимают $\varepsilon = 1$. В экспериментах с наковальнями и металлическими образцами имеет место значительное рассеяние и отражение, действительное значение $\varepsilon < 0,5$. Низкая излучательная способность приводит к заниженным оценкам температуры пирометрами частичного излучения. Джинлоз и Хейнц [60] показали преимущество пирометров спектрального отношения и спектро радиометров в условиях неопределенности ε и температурных градиентов. Радиальное распределение температур при лазерном нагреве представлено двумерным распределением Гаусса:

$$T(x) = T_0 e^{-\left[\frac{x}{x_0}\right]^2}, \quad (3.7)$$

где T_0 — максимум температуры; x_0 — параметр распределения.

На площадке визирования радиусом R с интенсивностью $I(\lambda, T(x))$ теплового излучения датчик воспринимает суммарное значение

$$I_\Sigma(\lambda) = \int_0^R 2\pi I(\lambda, T(x)) x dx. \quad (3.8)$$

Средние температуры, измеряемые спектро радиометром, оказываются ближе к пиковой температуре T_0 , чем измеряемые пирометром частичного излучения (на одном участке спектра). Применение спектро радиометра в работе [59] обеспечило точность измерения температуры 1–2 % на площадке диаметром 25 мкм при 35 ГПа в точке плавления железа. Излучение регистрировалось в интервале длин волн 600–900 нм мультисканальным анализатором на выходе монохроматора. К недостаткам метода можно отнести относительную инерционность и высокий предел по низким температурам. Область измеряемых температур определяется используемым участком спектра и чувствительностью датчиков. Для более низких температур необходимо измерять более длинноволновое излучение. С уменьшением температуры резко падает энергия, излучаемая металлическим образцом в узком участке спектра. Например, для диапазона температур 500–1300 К и участка спектра с эффективной длиной волны 3,5 мкм энергия радиации изменяется по закону $T^8 - T^{12}$ [61]. Снижение предела измеряемой температуры требует применения специализированных высокочувствительных средств микропирометрии в инфракрасной части спектра.

Специфика температурных измерений в АВДН определяется малыми размерами образца в сочетании с труднодоступностью его для термометрического контакта. Практически единственной возможностью остается измерение теплового излучения его поверхности и оценка температуры методами пирометрии. Литературные данные показывают преимущество методов, основанных на анализе спектральных составляющих излучения [60–62]. Большое значение имеет то обстоятельство, что влияние размеров нагретой площадки и погрешности юстировки сильно сказывается на средней интенсивности сигнала, но гораздо меньше — на соотношении спектральных составляющих. Поскольку проводится локальный нагрев на площадке, измеряемой десятками микрон, а энергия теплового излучения пропорциональна этой площади, то только поэтому возникает проблема чувствительности датчиков. Рассмотренные примеры ориентированы на высокие температуры ≈ 1500 К и выше. Для спектральных измерений приходится выделять узкие участки спектра, где, в соответствии с распределением Планка, интенсивность падает и сильно зависит от длины волны и температуры. Обычно используют фотодатчики на основе кремния на участке 0,5–1 мкм. Для температур менее 1500 К интенсивность излучения на этом участке составляет малую долю общей энергии. Следующее ограничение определяется конструкцией опор наковален в АВДН: из требований прочности отверстие для выхода излучения выполняется с малым углом и ограничивает апертуру системы до 20–25°. Следующие затем элементы формирующей и спектроредительной оптики могут внести дополнительные потери до 50 %. Имеет значение и фактор времени. Измерения при малых отношениях сигнал/шум возможны, однако требуют времени для накопления данных. Сочетание высоких давлений и высоких температур желательно ограничить минимальным временем. Таким образом, возникает противоречие между желанием снизить предел измеряемых температур и возможностями существующих методов [64].

При возможности модуляции нагревающего излучения целесообразно воспользоваться фототермическим способом измерения температуры по отношению амплитуд сигналов в спектральных каналах. Для работы в среднем температурном диапазоне наиболее пригодны охлаждаемые фотоприемники на основе соединений InSb, PbSe, PbS. Они могут работать в области спектра до 5 мкм с постоянной времени 10–100 мкс. Возникающие инерционные искажения мож-

но учесть предварительной калибровкой. Как задающая, так и регистрирующая часть системы могут быть одновременно проверены по ослабленному излучению лазера на фотоприемнике. В то же время при проведении измерений на образце должны быть приняты все меры для исключения прямого проникновения греющего излучения на датчик. Аналогичные проблемы в установках электронного нагрева и излучения CO_2 -лазеров менее значимы по причине отсутствия сосредоточенных потоков излучения мощностью в десятки ватт в полосе чувствительности фотоприемника, как это имеет место при использовании ИАГ-Nd лазеров с длиной волны 1,06 мкм. Опыт показывает, что прямое проникновение удастся погасить комплексом мер, а именно:

- создать «глухую сборку» для образца, закрыв краевые щели;
- ограничить нагревающий пучок и направления переотражения;
- ограничить площадку визирования участком в центре образца;
- ослабить проникающее излучение оптическими фильтрами.

В обсуждаемых условиях лучшие результаты показал фильтр из германия в качестве полосового в области 2–5 мкм. Наличие фундаментального края поглощения на длине волны около 2 мкм позволяет эффективно подавить коротковолновое излучение, включая излучение ламп накачки и других источников. Остаточное проникновение при прямой засветке позволяет проверить тракт измерений без эффекта нагрева фотодатчика.

Суммируя замечания по измерению средней температуры и ее колебаний, можно сделать вывод о целесообразности совмещения обеих функций в одном устройстве, содержащем несколько приемников излучения в разных участках спектра. Повышения чувствительности можно достичь, применив широкополосные датчики инфракрасного излучения с разной эффективной длиной волны.

Абсолютное значение потока излучения Φ , преобразуемого в электрический сигнал, определяется коэффициентами использования потока объекта A и спектрального пропускания системы τ_λ :

$$\Phi = A \int_0^\infty B_{\lambda T} \tau_\lambda d\lambda. \quad (3.9)$$

Если $B_{\lambda T}$ задано формулой Планка, то интеграл аналитически не вычисляется. Этот интеграл можно вычислить численными методами и установить связь между Φ и T .

Согласно (3.9) зависимость потока от температуры имеет сложный вид, однако, ограничив интервал температур от T_1 до T_2 , можно заменить эту зависимость более простым соотношением. Вводится понятие эффективной длины волны $\lambda_{\text{эф}}$, а также коэффициент Q :

$$\Phi = Q \cdot \lambda_{\text{эф}} \cdot e^{-\left[\frac{C_2}{\lambda_{\text{эф}} T}\right]^2}, \quad (3.10)$$

где

$$\lambda_{\text{эф}} = -C_2 \frac{T_1^{-1} - T_2^{-1}}{\ln \frac{\Phi_{T_1}}{\Phi_{T_2}}};$$

$$Q = \frac{\Phi_{T_1}}{\lambda_{\text{эф}} \exp\left(\frac{-C_2}{\lambda_{\text{эф}} T_1}\right)}.$$

Возможна также замена зависимостью:

$$\Phi = q T^n, \quad (3.11)$$

где

$$n = (\ln \Phi_{T_1} - \ln \Phi_{T_2}) / (\ln T_1 - \ln T_2);$$

$$q = \Phi_{T_1} / T_1^n = \Phi_{T_2} / T_2^n.$$

В качестве информационного параметра спектрального распределения потока излучения измеряется соотношение потоков излучения в двух различных участках спектра с центральными длинами волн λ_1, λ_2 :

$$y = \frac{\Phi_{\lambda_1}}{\Phi_{\lambda_2}}. \quad (3.12)$$

Можно получить приближенное уравнение для спектральных пирометров на участке $T_1 - T_2$ в виде:

$$y = \frac{q_1}{q_2} T^{(n_1 - n_2)}. \quad (3.13)$$

Интенсивность излучения на участке спектра быстро нарастает по степенной зависимости. Соответственно растут требования по обеспечению необходимого динамического диапазона для всех элементов тракта обработки сигналов. Для переменной составляющей при посто-

янной модуляции нагрева показатель степени будет меньше на единицу:

$$\Phi_{-} = (d\Phi/dT) \cdot \Delta T = q_{-} T^{n-1}, \quad (3.14)$$

что благоприятно сказывается на величине доступного диапазона измеряемых температур.

Переменная составляющая входного сигнала менее подвержена влиянию помех и посторонних факторов, чем постоянная. Оказываются ослабленными различного рода смещения и дрейфы усилителей, постоянные засветки на фотоприемнике, измерения локализованы на площадке с температурными колебаниями, поскольку эти колебания быстро затухают по радиусу образца. Однако амплитуда колебаний мала и для качественных измерений применяют фильтрацию, накопление, синхронное детектирование. По переменной составляющей можно определить яркостную и цветовую температуры и использовать известные алгоритмы коррекции ошибок [61; 62]. Качественные измерения требуют предварительной калибровки пирометра по эталону. Для этого обычно используют хорошо известные фазовые переходы в реперных веществах. В условиях высоких давлений и температур рекомендуется ориентироваться на точку Кюри в чистых железе и кобальте [63]. Температура магнитного перехода в железе (1142 К) практически не зависит от давления до 1,7 ГПа (17 кбар), где накладывается структурный переход α – γ и образуется тройная точка.

В установке лазерного нагрева образцов в АВДН использовался двухканальный пирометр, измеряющий отношение потоков непосредственно по излучению в двух участках спектра. Поскольку пирометр используется в модуляционных измерениях, то температура определяется по переменной составляющей сигналов фотодатчиков.

В качестве чувствительного элемента применен «двухцветный приемник» для одновременной работы в двух спектральных диапазонах в одном оптическом канале (рис. 3.15).

Два фотоприемника в виде фоторезистивных пленок с узкой запрещенной зоной и с разной спектральной чувствительностью наклеиваются друг на друга. При попадании на такой комбинированный фотоприемник изображения сложного спектрального состава верхний фоточувствительный слой поглощает узкий, присущий его спектральной чувствительности, диапазон спектра, пропуская излучение остальной части спектра сквозь себя на нижние резистивные слои, которые чувствительны в других диапазонах спектра.

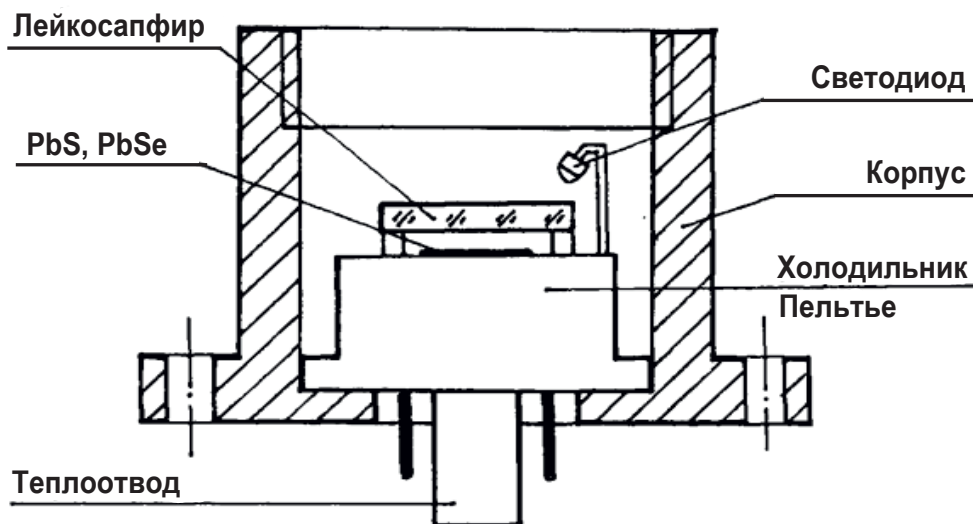


Рис. 3.15. Конструкция «двухцветного» фотоприемника

Использованные фотоприемники изготовлены по пленочной технологии из халькогенидов свинца PbS и PbSe и имеют следующие характеристики:

- спектральная фоточувствительность по уровню 0,1 фотоприемника 1-го канала ($0,4 \div 3,0$) мкм, 2-го канала — ($3,0 \div 5,0$) мкм;
- обнаружительная способность в максимуме спектральной чувствительности фотоприемника 1-го канала — не менее $2 \cdot 10^{10} \text{ Вт}^{-1} \cdot \text{см} \cdot \text{Гц}^{1/2}$, 2-го канала — не менее $1 \cdot 10^9 \text{ Вт}^{-1} \cdot \text{см} \cdot \text{Гц}^{1/2}$;
- размер стороны квадратной площадки $0,5 \cdot 10^{-3} \text{ м}$;
- постоянная времени 1-го канала — ($40 \div 80$) мкс, 2-го канала — ($20 \div 40$) мкс.

При малых входных потоках фотоприемники работают на начальном участке вольтамперной характеристики. В этом случае передаточная характеристика устройства почти линейна. Кроме того, влияние нелинейности характеристик фоторезисторов уменьшается при измерении отношения сигналов.

Оптическая схема пирометра построена на широкополосной зеркальной оптике. Входное излучение падает на отражатель объектива Косенгрена и затем фокусируется параболическим зеркалом на чувствительный элемент ФПУ. Для ослабления прямого проникновения лазерного излучения с длиной волны 1,06 мкм ФПУ закрыт инфракрас-

ным фильтром в виде пластинки германия толщиной 1,5 мм. Вследствие этого спектральный диапазон 1 канала составит 1,8–3,0 мкм. Оптические элементы собраны в корпусе цилиндрической формы с подвижной частью для входного объектива. На внутренних держателях предусмотрены приспособления для настройки. Узел визирного микроскопа позволяет наблюдать измеряемый объект. Для этого в оптическом канале имеется отклоняющее зеркало, устройство подсветки и формирующая оптика.

4. ИЗМЕРЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ МАЛОРАЗМЕРНЫХ ОБЪЕКТОВ

4.1. Измерение температуры наноструктур

4.1.1. Создание наноразмерных термометров

Последние достижения в области создания наноразмерных приборов, например, флюидных каналов, интегральных схем, а также электронных и биологических приборов, требуют наличия более точных термометров с более высоким разрешением, чем те, которые имелись ранее, для того, чтобы исследовать графики теплообмена и тепловых реакций [65–68]. Разработка наноразмерных термометров это вопрос не только размерности, но также и манипуляций с новыми физическими свойствами материалов. В целом, изменения в области физико-химических свойств материалов приводят к созданию коренных отличий между макро- и нанорежимами. Следует также учитывать и неожиданный теплообмен, и динамику тепловой энергии в рамках замкнутых наноразмерных измерений. В пространственно ограниченных областях жидких и твердых материалов разработка наноразмерных тепловых датчиков могла бы удовлетворять и требованию точности, и требованию разрешения. Такие технологии точного локального измерения температуры датчиками необходимы во многих областях. Например, регистрация параметров термодинамического потока с высоким разрешением необходима в нанолитографических моделях интегральных схем для повышения стабильности. При диа-

гностике и лечении пациентов, имеющих заболевание кровеносных сосудов и спинного мозга, необходимо получение отображения температуры с высокой точностью и высоким разрешением. Требования к пространственной разрешающей способности температурных профильных отображений при использовании в электронных и биологических приборах (особенно в нанофлюидике) также становятся все более строгими. Разработка термометров, которые могут эксплуатироваться при пространственных ограничениях эксплуатационной среды, должна осуществляться с использованием наноразмерных чувствительных модулей с высокой точностью и воспроизводимостью. Разработка тепловых датчиков с использованием молекулярных и наноразмерных суперструктур выделяется как новый подход к развитию термометрии.

Нанолитографическая термометрия. Одним из распространенных способов для ведения наблюдений за локальной температурой является использование термоэлектрического детектора, созданного литографически или методом последовательного осаждения. Такие методы изготовления применимы для наноразмерных датчиков температуры и термопар на основе полупроводниковых или металлических материалов. Для того чтобы нанести один металл на нанополоски, сделанные из другого металла, для создания наноразмерного биметаллического датчика, используется технология вакуумного напыления. Параметрический отклик, например, наноразмерного соединения платины и вольфрама Pt/W (с примесями галлия Ga в обоих металлах) дает температурный коэффициент $5,4 \text{ мВ}/^{\circ}\text{C}$, что в 130 раз больше, чем в обычных термопарах. Литография делает возможным соединение двух нанопроволочных электродов типов *p*- и *n*- на подложке для того, чтобы создавать наноразмерные термопары, соединенные параллельно. Атомно-силовая микроскопия может создавать отображения термического реагирования подложек с помощью проводящего полимера или сканирующей головки с углеродной нанотрубкой (CNT). Для повышения пространственного разрешения температурных измерений также используется наноразмерный капиллярный эффект. Во всех перечисленных термометрах пространственная разрешающая способность, как правило, определяется геометрическим размером термопары. Кроме того, в наноразмерном капилляре, например, прибор измеряет температуру скорее в месте связи между модулем датчика капилляра и областью обнаружения, нежели в самой жидкости. Это может быть потенциальным недостатком из-за сложности

механизма передачи тепла внутри капилляра, помех со стороны применяемых электрического или электромагнитного полей и нарушения параметров потока динамической системы.

Термометрия на основе наноматериалов. Потребность в термометрической технологии достигла той точки, когда применения традиционных микроразмерных материалов уже недостаточно. Нанотермометры информируют о температуре среды в очень малых областях пространства. К таким термометрам предъявляются высокие требования: во-первых, они должны быть достаточно точны и чувствительны, во-вторых, быть обратимыми и, в-третьих, должны быть стабильны в различных средах и широком интервале температур. Недостатки традиционных технологий являются, по большей части, следствием внутренних свойств материалов, из которых изготовлен термометр, таких как неправильная форма, распределение по размерам и шероховатость поверхности, которые могут привести к низкому разрешению и соотношению сигнал/шум (S/N). За последнее десятилетие достижения синтеза наноматериалов повлекли за собой создание новых разработок в области наноразмерной термометрии. Типичным примером является использование углеродных нанотрубок (CNT). Тонкая пленка (7 нм) CNT образует относительно простой термометр с диапазоном измерения 100–327 °C в вакууме. Температура окружающей среды нанотрубки точно соответствует возбуждению поля и току эмиссии данного приложенного электронного поля. Наноструктурные пленки из сульфида свинца PbS также представляют собой средство создания бесконтактных термометров благодаря широкому диапазону, поддающемуся измерению, 200–1200 °C. В работе [67] сообщают о наноразмерном термометре, который аналогичен по форме традиционному ртутному термометру, но в миллиард раз меньше него. Он состоит из наполненных галлием Ga нанотрубок из углерода/оксида марганца, в которых Ga служит индикатором температуры за счет расширения и сокращения внутри нанотрубки в диапазоне 30–2205 °C (см. рис. 4.1). Такие термометры с углеродными нанотрубками или нанотрубками из окиси марганца обладают большим потенциалом для использования в средах со сверхвысокими температурами благодаря своим превосходным тепловым качествам. Тем не менее, одним из существенных недостатков здесь является тот факт, что для такого нанотермометра нужна камера высокого вакуума, например, трансмиссионный электронный микроскоп (ТЕМ) для считывания и пред-

варительной идентификации и калибровки, несмотря даже на то, что измерение температуры можно производить в воздухе. Только разработка другого метода преобразования сигнала может дать возможность преодолеть данную проблему.

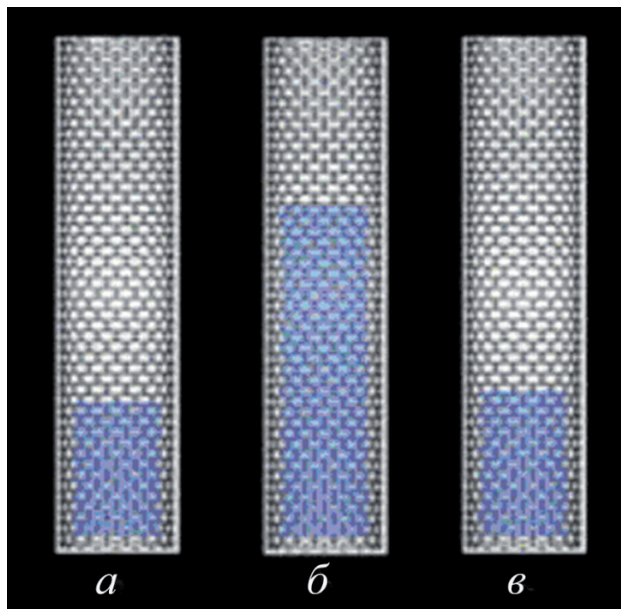


Рис. 4.1. Углеродный нанотермометр, наполненный Ga, показывающий расширение Ga внутри CNT при температурах *а* — 58 °C, *б* — 490 °C, *в* — 45 °C

В следующем примере, по аналогии с обычным термометром, свинец поместили в нанотрубку из оксида цинка, для которого коэффициент термического расширения значительно ниже (рис. 4.2).

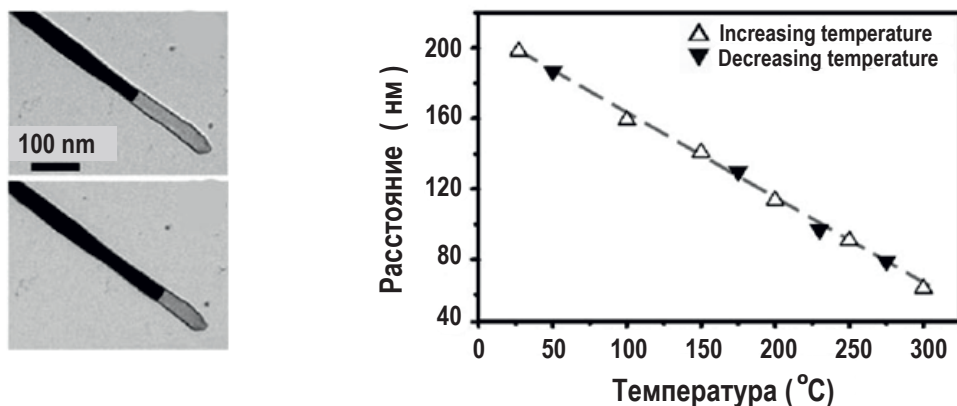


Рис. 4.2. Нанотермометр Pb/ZnO с линейной шкалой до 300 °C

Такие наносборки Pb/ZnO были получены при комнатной температуре методом гальванического замещения из цинковой фольги, помещенной в раствор $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Диаметр сборок составил около 80 нм, а длина — несколько микрон. Как правило, свинец заполняет не всю нанотрубку целиком, так что внутри имеется полость. Структура стабильна вплоть до температуры 300 °С. Оказалось, что длина полости изменяется линейно в интервале температур 25–300 °С, причем одинаково при нагреве и охлаждении. При более высоких температурах свинец плавится и может вытечь из оболочки. Однако если оболочка вдруг оказывается бездефектной, то и далее увеличение объема свинца происходит линейно, только с другим коэффициентом расширения. Так что наиболее удачные термометры можно использовать до 800 °С. Например, ими можно контролировать температуру образцов, нагреваемых пучком электронов, в просвечивающем электронном микроскопе или следить за температурой подогреваемых держателей. Снимать показания термометров можно и автоматически, например, путем измерения емкости конденсатора, образованного поверхностью свинца и противоположным концом трубки.

Тайваньские исследователи в качестве наноградусника предложили использовать нанотрубку из бета- Ga_2O_3 , заполненную сплавом Au/Si. Такое устройство формируется в одну стадию методом CVD на кремниевой подложке, покрытой слоем золота 4 нм (рис. 4.3).

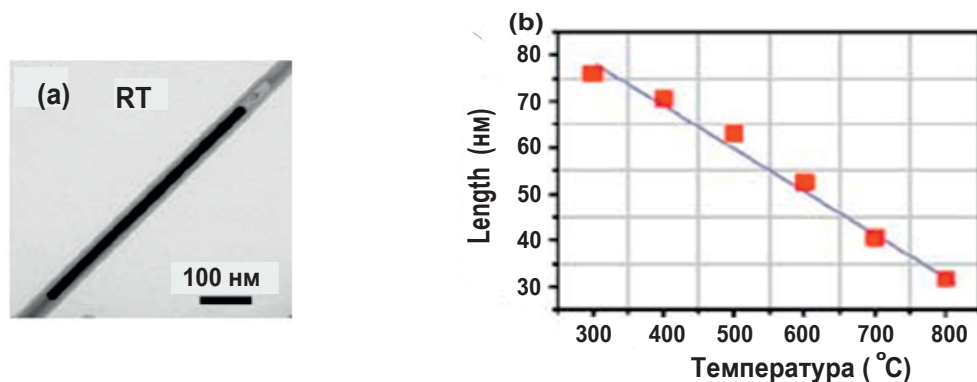


Рис. 4.3. Нанотермометр $\text{Ga}_2\text{O}_3/\text{Au}/\text{Si}$ с линейной шкалой до 800 °С

Диаметр трубок составил 70–100 нм при длине в несколько микрометров. Большинство нанотрубок Ga_2O_3 закрыты с одного или с двух концов и заполнены золотом с 6 % примесью кремния. Функционирование нанотрубки в роли градусника было проконтролировано при по-

мощи просвечивающего электронного микроскопа. Длина свободной от Au/Si полости линейно убывала в интервале температур 300–800 °C вследствие расширения сплава, хотя полное расплавление происходило выше 400 °C. После охлаждения граница сместилась на исходное положение, т. е. продемонстрировала важное свойство устройства — обратимость. Несколько циклов нагрева-охлаждения показали хорошую воспроизводимость результатов.

Термометрия с флуоресцентными материалами. Помимо электронного и микроскопического анализа температуры, разрабатывались также методы оптического обнаружения. Такие технологии основываются на интенсивности и изменении положения пиков люминесцентных кристаллических материалов. Скорость безызлучательного энергетического перехода и продолжительность возбужденного состояния соответствуют температуре. Например, сдвиг фазы и распад возбужденного состояния люминофорных рубинов: $(\text{Al}_2\text{O}_3: \text{Cr}^{3+})$; Cr^{3+} : YAG; $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}, \text{Dy}$; и $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}, \text{Nd}$ — находятся в линейной зависимости от температуры. Это может быть мощным инструментом при измерении температуры, и может использоваться в бесконтактных термометрах с применением оптоволоконного датчика. Такой датчик состоит из источника света для возбуждения кристалла и люминесцентного детектора времени интенсивной фазы и фазы угасания для измерения температуры. Помимо кристаллов люминофоров, также использовался флуоресцентный краситель, например родамин В, в микрофлюидном канале. Термическая характеристика может отслеживаться с помощью микроскопии или спектрофотометрии с диапазоном 0,03–3,5 °C. Помимо этого бихромофорные флуорофторы дают существенные преимущества, поскольку обеспечивают внутреннее соотношение для обнаружения флуорометрической температуры. Флуоресцентный краситель или гранулы полимера, соединенные с красителем, могут быть использованы для измерения температуры одной живой клетки для диагностики рака. Тем не менее, флуоресцентные органические красители обесцвечиваются очень быстро, как правило, в течение 30 минут, поэтому они непригодны для долговременного мониторинга. Новые наноразмерные материалы, такие как квантовые точки (QD_s), являются кандидатами на использование в наноразмерных термометрах. Синтезированные и модифицированные квантовые точки характеризуются высоким квантовым выходом, долгим сроком существования до фотообесц-

вечивания и приемлемой биологической совместимостью после соответствующей поверхностной модификации. Более того, они могут легко соединяться с протеином и ДНК для обнаружения и выявления параметров. Наночастицы могут сами по себе функционировать в качестве термометра в ограниченном диапазоне температур. Например, CdTe и $\text{ZnS} : \text{Mn}^{2+}$ наночастицы дают обратимую линейную температурную характеристику в рамках физиологического температурного диапазона.

Измерение температуры единичной живой клетки необходимо для многих современных биомедицинских приложений, например для онкологии, поскольку детальное исследование распределения температур может вскрыть особенности метаболизма клетки и ее реакцию на различные внешние раздражители. Подходящим решением являются флуоресцентные материалы (наночастицы), позволяющие быстро и с хорошим разрешением получить пространственное распределение температуры. Используя лазеры с излучением в ближнем ИК-диапазоне, можно возбуждать люминесценцию частиц $\text{NaYF}_4 : \text{Er}^{3+}, \text{Yb}^{3+}$ с минимальными технологическими сложностями. Еще одним ценным достоинством этих наночастиц является независимость положения максимума люминесценции и поглощения от размера частиц.

Измерение температуры становится возможным благодаря особенностям энергетической диаграммы. Уровень $^2\text{F}_5 \text{Yb}^{3+}$ близок по энергии $^4\text{I}_{11} \text{Er}^{3+}$, что обеспечивает возможность перехода электрона между ними, после чего этот электрон возбуждается до уровня $^4\text{F}_7$. Далее происходит серия безызлучательных переходов, приводящая электрон на определенный уровень, после чего следует высвечивание кванта света. При этом безызлучательные переходы могут привести электрон на два возможных уровня: $^2\text{H}_{11}$ и $^4\text{S}_3$. Заселенность этих уровней может быть описана больцмановской статистикой. Таким образом, измеряя относительную интенсивность люминесценции двух длин волн, можно получить значение температуры.

Были проведены эксперименты с живыми раковыми клетками HeLa . Их поместили на металлическую пластину, по которой протекал ток. Выделение джоулевого тепла, соответствующее квадратичной зависимости $T(V)$, было измерено с использованием нанотермометров (рис. 4.4). Таким образом, этот модельный эксперимент показал возможность проведения «in vivo» измерений.

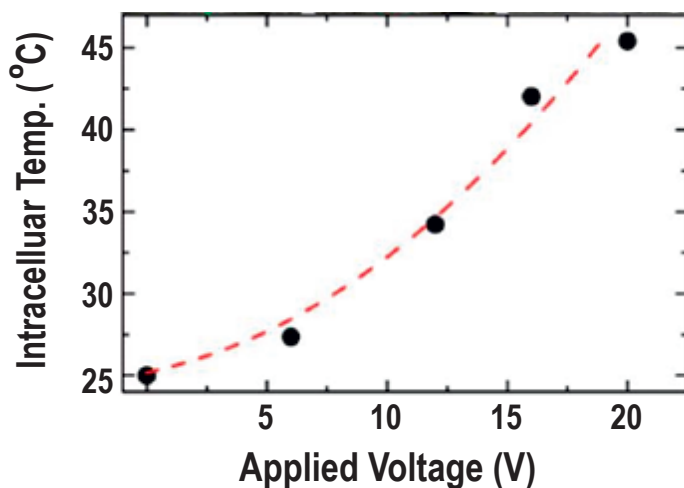


Рис. 4.4. Модельный эксперимент с раковыми клетками — зависимость измеренной внутриклеточной температуры от напряжения подогрева пластины

Разработаны флуоресцентные температурные зонды, работающие в наномасштабе. Для этого к зонду атомного силового микроскопа прикрепляются флуоресцентные частицы, которые совмещают в себе высокое горизонтальное разрешение и хорошую чувствительность к температуре. Когда флуоресцентный материал нагревается при внешнем возбуждении, уровень его светового излучения падает и при очень высоком нагреве прекращается вовсе. Это свойство и используется для создания температурного датчика, который бы определял нагрев в наномасштабе. Сама эта частица состоит из фторидного стекла, содержащего ионы эрбия и иттербия. Для определения температуры производится сравнение интенсивности двух видимых спектральных линий относительно уровня термического равновесия [68].

Молекулярная термометрия. Новым подходом к измерению температуры является использование температурно-зависимых молекул или биологических частиц. Такие технологии основываются на термотрансформируемом отклике, который дает в результате высокую разрешающую способность и увеличенную биологическую совместимость благодаря уменьшенному размеру частиц и непосредственной применимости при биомедицинском/клиническом обнаружении и получении изображения.

Наноразмерные датчики из молекулярных или биологических частиц были спроектированы и сконструированы для мониторинга геометрического изменения. Например, изменение двунитевой структуры ДНК от В- к Z-DNA говорит о возможности использования этого эффекта в качестве молекулярного нанотермометра. Различия в электронных свойствах двух структур и процессах переноса заряда с флуоресцентных зондов дают существенные изменения эмиссии. Равновесие между конформациями Z- и В- может контролироваться с помощью температуры. Некоторые информационные РНК (*mRNAs*) меняют свои конформации под воздействием температуры. Специальные участки РНК селективно распознают изменение температуры, например в нетранслируемой области *mRNA*. Изменение температуры влечет за собой изменение РНК. Конформационное изменение температурно-чувствительной РНК может отслеживаться с помощью ультрафиолетовой и ядерной магнитной резонансной спектроскопии.

Термометрия наноразмерных суперструктур. Молекулярные пружинные сборки и суперструктуры могут быть особенно хорошо приспособлены для термометрии при биологических применениях. Они значительно меньше, чем клетки и каналы в нанофлюидных приборах, и позволяют получить невероятную разрешающую способность. Сборки наночастиц могут быть разумно запрограммированы на выполнение температурного обнаружения путем изменения поверхности. Различные функциональные группы на поверхности наночастиц могут соединяться с другими полимерами или подходящими биоматериалами, используя хорошо развитую химию соединения. На рис. 4.5 показан обратимый нанотермометр, включающий динамическую суперструктуру двух типов наночастиц, соединенных полимерными спейсерами, которые действуют как молекулярные пружины в водной фазе. Механизм действия нанотермометра можно объяснить контролируемым взаимодействием между парами экситон-плазмон в этом гибриде, происходящим вслед за изменением конформации полиэтиленгликоля (PEG) в температурном диапазоне 20–60 °С. Параметры температуры были определены по изменениям интенсивности флуоресценции суперструктуры и продемонстрированной зависимости обратимой интенсивности от температуры в водной среде.

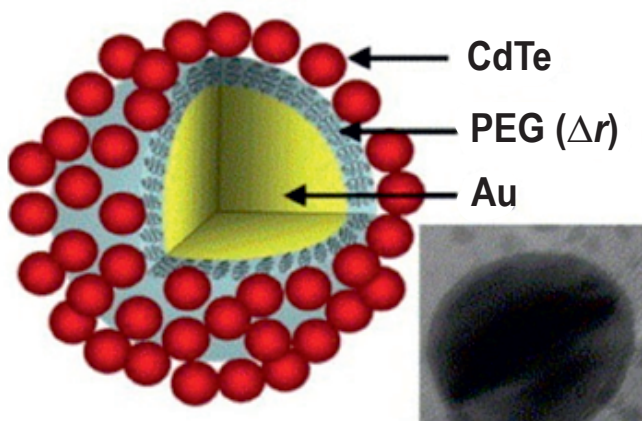


Рис. 4.5. Динамический нанотермометр на основе суперструктур наночастиц (схематичное изображение суперструктуры и электронно-микроскопическое изображение)

Применение нанотермометров с наночастицами золота в области гипертермического воздействия на раковые клетки имеет важное значение [123]. Технологию можно усовершенствовать за счет добавления в наночастицы с золотом лигандов, нацеленных на раковые клетки, и локализованного нагрева с помощью излучения лазера, работающего в импульсном режиме. Управление локальными температурами имеет решающее значение для селективного разрушения целевых раковых клеток при использовании минимальной мощности энергии фотона и при минимальном разрушении нераковых клеток. В моделях теплопереноса диапазон температур в 70–80 °C рассматривают как пороговую температуру для разрушения живых клеток. Наноразмерные термометры из наночастиц золота могут эффективно определять локализованные температуры внутри или вокруг целевой раковой клетки.

Использованные подходы могут содействовать более углубленному пониманию микро-/наноразмерного переноса тепла во все более сложных и плотно составленных микроцепях, а также получению отображений температурных зависимостей с высокой разрешающей способностью.

4.1.2. Методы измерения температуры наночастиц в функционирующих катализаторах

Температура активного компонента катализатора является важнейшим параметром протекания любого каталитического процесса. Обычно полагают, что температура активного компонента гетерогенных ката-

лизаторов соответствует температуре гранул катализатора, измеряемой стандартными методами, например термопарой, находящейся рядом или помещенной в гранулу катализатора. Тем не менее, при протекании экзотермических каталитических реакций теплота выделяется преимущественно на активном компоненте катализатора. Поэтому для нанесенных металлических катализаторов, для которых характерно значительное различие теплопроводности активного компонента и инертного носителя, в момент протекания газофазных каталитических реакций возможен существенный перегрев не только всей гранулы катализатора по отношению к внешней среде, но и непосредственно частиц активного компонента по отношению к носителю и другим каталитически неактивным компонентам гранулы. Количественные оценки ожидаемых величин возможного перегрева частиц активного компонента функционирующего катализатора показали, что перегрев активных металлических частиц относительно инертного носителя в ходе сильно экзотермических каталитических реакций может составлять десятки и даже сотни градусов и потому существенно влиять на регистрируемые свойства катализатора в целом [69]. Экспериментально показано, что для реакций окисления СО на ряде нанесенных Cu-, Pt-, Pd- и Ni-содержащих катализаторов характерны явления температурного гистерезиса при зажигании — погасании катализатора. Амплитуда этого гистерезиса составляет от 20 до 100 градусов и также связана с перегревом частиц нанесенного активного компонента. Знание истинной температуры активного компонента функционирующего катализатора является принципиальным для понимания особенностей протекания любых каталитических реакций. В частности, это необходимо при расчетах энергии активации или ожидаемой скорости процесса.

Методики прямого бесконтактного измерения температуры непосредственно частиц высокодисперсного активного компонента в функционирующих катализаторах остаются до сих пор практически неразработанными. Тем не менее, возможны рентгенографические и спектрометрические методы бесконтактного измерения температуры. Рентгенографические методы могут быть основаны на измерении зависимости параметров кристаллической решетки от температуры для отдельно избранной фазы активного компонента нанесенного катализатора и на измерении амплитуды тепловых колебаний атомов металлической фазы в катализаторе в условиях реакции. Метод инфракрасной спектрометрии (ИКС) основан на том, что все нагретые

тела являются источниками ИК-излучения, параметры которого зависят от температуры.

Рассмотрим метод измерения температуры наночастиц по измерению зависимости параметров кристаллической решетки от температуры.

При нагревании вещества происходит его термическое расширение и, как следствие, изменение параметров и объема элементарной ячейки. Анализ этого изменения широко используется для определения коэффициентов термического расширения веществ. Для измерения температуры по изменению температурной зависимости параметров кристаллической решетки требуется определять положения дифракционных максимумов на дифрактограмме с последующим определением межплоскостных расстояний, которые связаны с параметрами элементарной ячейки квадратичными соотношениями.

На рис. 4.6 представлены результаты измерения величины параметра решетки металлического Ni для исследуемого катализатора Ni/SiO₂ в зависимости от средней температуры катализатора в интервале 200–450 °С в неактивной среде чистого водорода (кривая 1) и в реакционноспособной среде CO + H₂ (кривая 2).

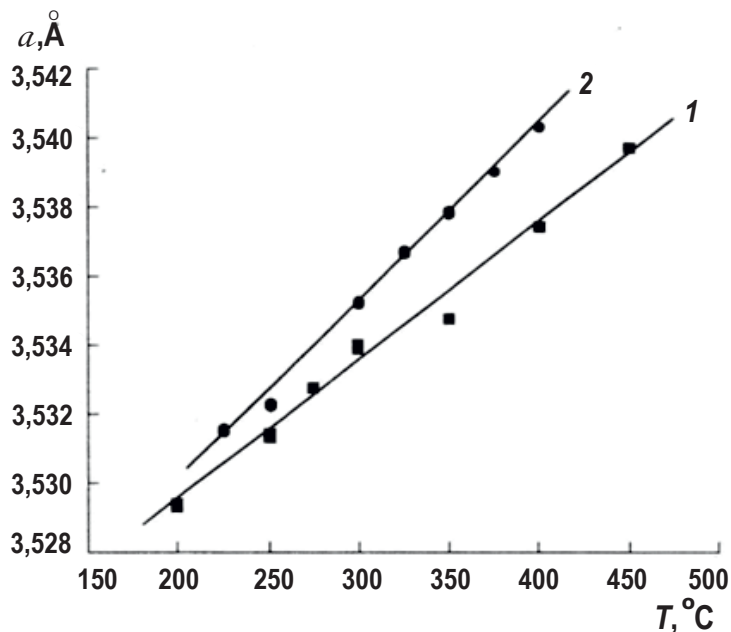


Рис. 4.6. Зависимость постоянной решетки a наночастиц металлического никеля катализатора Ni/SiO₂ в среде водорода (1) и в реакционноспособной среде CO + H₂ (2) от средней температуры, измеряемой термопарой при нагревании образца

Из рисунка видно, что при нагреве в среде водорода до $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ величина параметра a металлического Ni линейно растет. При переключении газового потока на реакционноспособную смесь $\text{CO} + \text{H}_2$ при измеряемой температурой гранул $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ постоянная решетки Ni практически не отличается от ее значения в водороде при той же температуре. Однако при повышении средней температуры катализатора до $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ наблюдается постепенно нарастающее увеличение постоянной решетки никеля по сравнению с ее значениями при нагревании образца в среде водорода. Это отличие существенно превышает ошибки измерения. В условиях эксперимента ошибка в определении постоянной решетки составила $(2-5) \cdot 10^{-4}\text{ \AA}$, что в несколько раз меньше значения общего наблюдаемого приращения параметра a , составившего $(12-27) \cdot 10^{-4}\text{ \AA}$.

Естественно предположить, что увеличение параметра решетки Ni при нагревании в среде $\text{CO} + \text{H}_2$ по сравнению со значением параметра решетки при нагревании в среде чистого водорода является следствием перегрева активного компонента за счет выделения теплоты в ходе экзотермической реакции гидрирования CO. Видно, что прямое измерение температуры активного компонента катализатора — металлического никеля — в реакционной среде $\text{CO} + \text{H}_2$ свидетельствует о наличии перегрева, постепенно возрастающего при повышении температуры гранул катализатора и достигающего $\sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ при температуре гранул катализатора $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. Указанная выше точность определения параметра решетки $(2-5) \cdot 10^{-4}\text{ \AA}$ соответствует точности измерения перегрева катализатора $8-10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Для использования обсуждаемого подхода к прямому и отдельному измерению температуры активного компонента и носителя необходимо, чтобы оба компонента находились в кристаллическом состоянии. К сожалению, в большинстве катализаторов в качестве носителя используют рентгеноаморфные материалы. В таком случае можно измерить температуру только активного компонента, находящегося в кристаллическом состоянии. Чувствительность и точность обсуждаемого метода прямого бесконтактного измерения температуры зависят от точности измерения параметров кристаллической решетки. В свою очередь, это определяется количеством нанесенного активного компонента, его дисперсностью, рассеивающей способностью составляющих его атомов, а также симметрией кристаллической решетки. Поэтому наиболее подходящими объектами для использования обсуждаемого метода оказываются нанесенные металлические катализаторы, содержащие металлы с высокой

рассеивающей способностью, например металлы платиновой группы (желательно в концентрации более 10 %), кристаллизующиеся в высокосимметричных структурах с плотнейшей упаковкой атомов.

Определение температуры наночастиц возможно также методом ИК-спектроскопии излучения. Измерение температуры на основе анализа спектров излучения реальных тел является непростой задачей ввиду большой разницы в спектральных характеристиках идеальных объектов, для которых сформулированы законы теплового излучения, и реальных систем, для которых проводится регистрация спектров излучения и измерение температуры. Тем не менее, в ряде случаев удастся добиться вполне приемлемой точности измерений.

Наиболее точное определение температуры нагретого тела можно осуществить вариационным методом, аппроксимируя форму спектров излучения нагретых тел функцией излучения Планка. При регистрации спектров теплового излучения нагретого тела необходимо учесть спектральные характеристики ИК-спектрометра, поскольку отклик детектора на интенсивность излучения является функцией частоты излучения. Для тестирования метода в качестве спектров сравнения регистрировали спектры излучения образцов в инертной атмосфере при различных средних температурах образца, контролируемых термопарой. Из спектров излучения определяли реальные температуры образцов. В табл. 4.1 сопоставлены температуры образцов, измеренные термопарой, и температуры, вычисленные из спектров излучения. Как видно из приведенных данных, фактическая ошибка измерения температуры из спектров излучения не превышает 10 °С, что является вполне приемлемым результатом для проведения экспериментов.

Таблица 4.1

Сопоставление вычисленной из спектров ИК-излучения и измеренной термопарой температуры катализаторов Ni/MgO и Ni/SiO₂ в токе инертного газа — азота

Температура, измеренная термопарой, °С	Температура, вычисленная из спектров излучения, °С	
	Ni/MgO	Ni/SiO ₂
200	200	200
250	240	245
300	295	295
350	345	355
400	390	400

Для анализа спектров излучения катализатора Pt/стеклоткань с целью получения спектров излучения непосредственно активного компонента вначале регистрировали спектры излучения стеклоткани без платины в токе инертного газа — азота. При анализе полученных спектральных кривых было установлено, что температура платины в атмосфере инертного газа, равно как и в присутствии каталитической реакции окисления монооксида углерода кислородом, имеет одну и ту же величину, равную температуре носителя, измеряемую термопарой. Затем были получены разностные кривые ИК-спектров излучения функционирующего катализатора Pt/стеклоткань в ходе окисления СО кислородом и спектров излучения этого же катализатора в токе инертного газа азота при различных температурах и скоростях потока реакционной смеси, аппроксимированные функцией Планка. Положение максимума на данных кривых соответствует излучению перегретых участков поверхности. В табл. 4.2 суммированы результаты анализа спектров излучения стеклотканого катализатора. Как видно из таблицы, температура платины в функционирующих катализаторах, оказывается выше температуры носителя на 50–100 °С. В ходе эксперимента были рассчитаны величины тепловыделения на активном компоненте катализатора, достигающие значений 9–10 кВт/г Pt.

Таблица 4.2

Характеристики каталитической реакции окисления СО кислородом воздуха на катализаторе Pt/стеклоткань

Температура образца по показаниям термопары, °С	180	200	200	220	220
Конверсия СО, %	57	74	35	71	77
Скорость потока реакционной смеси, л/ч	6	6	10	6	10
Положение максимума спектра излучения частиц платины, см ⁻¹	1804	1920	1980	1890	1960
Температура платины, °С	250	280	300	270	295
Тепловыделение, кВт/г Pt	4,43	4,79	4,53	4,98	9,20
Относительная доля перегретой поверхности, %	6	5	5	4.4	5.2

И рентгенографическая, и ИК-спектроскопическая методики измерения температуры наночастиц активных компонентов нанесенных

металлических катализаторов свидетельствуют о возможности существенного (до 100 °С) перегрева этих наночастиц по отношению к температуре инертной части гранулы при функционировании катализатора в сильно экзотермической реакции.

4.2. Измерение температуры кластеров

4.2.1. Кластеры

Согласно [70] «кластер — группа близко расположенных, тесно связанных друг с другом атомов, молекул, ионов, ультрадисперсных частиц. Не имеет четкого разделения с термином наночастица». (Наночастица — нанообъект, имеющий размеры по всем трем направлениям в диапазоне наношкалы, т. е. приблизительно от 1 до 100 нм). Следовательно, кластеры представляют собой промежуточное звено между отдельными частицами и объемной жидкостью или твердым телом. Благодаря дискретной структуре энергетических уровней и большой величине отношения поверхности к объему, свойства кластеров отличаются как от свойств отдельных составляющих их частиц, так и от свойств объемного вещества. Поэтому кластеры часто называют «новой фазой вещества».

Ожидается, что изучение структуры и динамики кластеров позволит установить нижнюю границу числа частиц в кластере, при которой начинают проявляться физические свойства объемного вещества. Следует отметить, что в отдельных случаях уже удалось установить предельное число частиц, начиная с которого в кластере проявляются некоторые характеристики макроскопического вещества. Так, например, установлено, что в нанокапельках (кластерах) гелия сверхтекучесть начинает проявляться тогда, когда число частиц в кластере составляет $N \gg 60-100$. В ряде случаев также определено примерное число частиц в кластере, начиная с которого структура и некоторые свойства кластера соответствуют структуре и свойствам макроскопического вещества. Однако в большинстве случаев значение граничного числа частиц является весьма условным, поскольку различные свойства жидкости или твердого тела начинают проявляться при разном числе частиц в кластере.

В Российской метрологической энциклопедии [71] представлена следующая схема иерархии материальных структур, возникающих по мере роста числа составляющих их элементарных частиц (см. рис. 4.7).

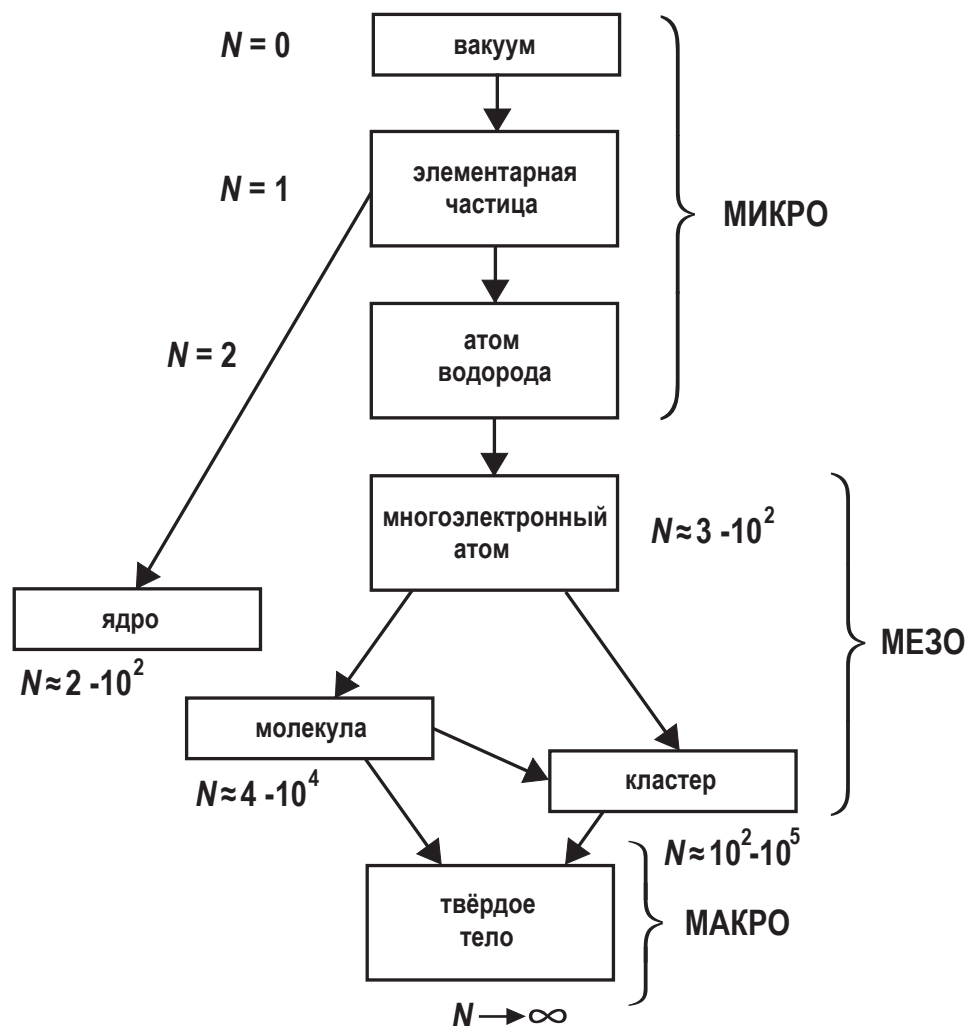


Рис. 4.7. Иерархия материальных структур, расположенных в порядке возрастания числа составляющих их частиц

Как видно из этой схемы, по числу частиц системы естественно делаться на три группы. Для находящихся на мезоуровне ядер, атомов, кластеров движение частиц может рассматриваться как происходящее в некотором эффективном самосогласованном центрально-симметричном поле, природа которого различна во всех этих случаях. Микро-, мезо- и макроуровням иерархии соответствуют разные виды характерных констант. Для микроуровня — это фундаментальные физические константы. Структура промежуточного мезоуровня облада-

ет своим типом характерных констант. Макроструктуры описываются феноменологическими константами, известными из статистической физики, термодинамики, гидродинамики, механики и электродинамики сплошных сред.

В работе [72] под кластерами понимаются агрегаты, содержащие от нескольких единиц до нескольких миллионов атомов или молекул, которые удерживаются вместе различными типами связи с энергией этой связи от нескольких десятых электронвольта до нескольких электронвольт. Насколько сильно различаются энергии связи атомов в кластерах можно представить из следующего примера. В кластерах (нанокapельках) гелия ${}^4\text{He}_N$ энергия связи E_b атомов составляет $E_b \leq 10^{-3}$ эВ, а в димере ${}^4\text{He}_2$ — лишь около 10^{-7} эВ, в то время как энергия связи атомов в металлических кластерах, кластерах углерода, а также других тугоплавких материалов лежит в диапазоне примерно от 1 до 10 эВ. Существует довольно много способов получения кластеров. Наиболее распространенными методами получения кластеров и кластерных пучков являются сверхзвуковые газодинамические струи и лазерная генерация металлических кластеров. Для получения кластеров широко используются также агрегация газа, эрозия поверхности, распыление, лазерная абляция, импульсный дуговой разряд, плазменные методы. Подробный обзор методов получения и исследования кластерных пучков можно найти, например, в книге Паули [72].

4.2.2. Кластерная температура

Внутренняя температура кластера определяется энергией случайного движения составляющих кластер атомов или молекул относительно центра масс кластера. Если вращательные и поступательные степени свободы кластера «заморожены», то внутренняя температура кластера T_{cl} определяется соотношением

$$\frac{3N}{2} k_B T_{cl} = \left[\sum_{i=1}^N \frac{m_i (u_{cm} - u_i)^2}{2} \right], \quad (4.1)$$

где N — число частиц в кластере; k_B — постоянная Больцмана; m_i и u_i — масса и скорость составляющих кластер атомов (молекул); u_{cm} — скорость центра масс кластера.

Соотношение (4.1) представляет собой кинетическое определение температуры кластера. Температуру кластера можно также определить как термодинамическую величину:

$$T_{cl} = dE/dS, \quad (4.2)$$

где E и S — соответственно полная внутренняя энергия и энтропия кластера. Температуры, определяемые соотношениями (4.1) и (4.2), представляют собой, вообще говоря, разные величины. При термодинамическом рассмотрении кластеров учитывается не только энергия теплового движения атомов, но и потенциальная энергия взаимодействия атомов в кластере, в том числе энергия конфигурационного возбуждения. Под конфигурационным возбуждением понимаются переходы из основного состояния кластера на локальные минимумы многомерной поверхности потенциальной энергии. В частности, именно конфигурационные возбуждения приводят к изменению структуры и агрегатного состояния кластеров [73].

Поскольку время нахождения кластера вблизи определенного минимума поверхности потенциальной энергии превышает характерное время колебаний атомов ($\approx 10^{-14}$ с), энергии теплового и конфигурационного возбуждения разделяются. Это позволяет исследовать динамику атомов в кластере. При нулевой температуре сохраняется только конфигурационная часть энергии кластера, отвечающая возбуждению кластера относительно глобального минимума поверхности потенциальной энергии, тогда как при высоких температурах кинетическая энергия движения атомов может существенно превышать энергию конфигурационного возбуждения.

Отметим, что термодинамическое определение температуры кластеров с учетом их полной внутренней энергии и энтропии позволяет описывать многие процессы, происходящие при структурных переходах, и дает более глубокое и детальное понимание физики фазовых переходов в кластерах [73, 74].

В результате проведенных исследований установлено, что внутренняя температура кластеров является важной характеристикой, от которой зависят многие свойства кластеров, в том числе поляризуемость, магнитный момент, потенциал ионизации, оптический отклик, а также структура и конфигурация кластера, фазовое состояние. Температура кластеров сильно влияет на физико-химические процессы с участием кластеров и кластерных пучков, в том числе на скорости фрагментации (испарения) и химических реакций, каналы фрагментации, скорости и каналы релаксации энергии.

В зависимости от типа (состава) кластеров и способа их получения и стабилизации температура кластеров может варьироваться в ши-

роких пределах. Например, стабилизированная в результате испарения температура кластеров ^3He и ^4He имеет соответственно значения 0,15 и 0,38 К. Температуры кластеров благородных газов, получаемых в молекулярных пучках, а также методом агрегации, составляют, как правило, от нескольких градусов до нескольких десятков градусов Кельвина. Температура кластеров металлов и углерода (в том числе фуллеренов), получаемых лазерными методами или в разрядах, может достигать 3500–4000 К, а температура кластеров тугоплавких материалов — 4500–5000 К. Температура кластеров может существенно возрасти в результате их возбуждения, например, электронным ударом, энергичными ионами, лазерным излучением, в том числе под воздействием мощных ультракоротких лазерных импульсов, а также при столкновении высокоэнергетических кластеров и кластерных ионов с твердой поверхностью или между собой во встречных пучках. В равновесных условиях верхнее предельное значение температуры кластера определяется точкой кипения вещества кластера. Следовательно, равновесная температура кластеров тугоплавких материалов, углерода и металлов может изменяться в довольно широких пределах, в то время как температура молекулярных кластеров имеет гораздо меньший диапазон изменения, а температура кластеров инертных газов, в особенности кластеров гелия, находится в еще более ограниченном диапазоне [73].

Существует ряд методов определения температуры кластеров. К ним относятся: метод дифракции электронов; детектирование равновесного излучения от возбужденных или нагретых кластеров; измерение температуры подложки, на которой адсорбированы кластеры; определение температуры кластеров, получаемых в сопловых источниках без газа-носителя, на основе термодинамических параметров вещества, из которого состоят кластеры; измерение температуры возбужденных и фрагментирующих кластеров по кинетической энергии отлетающих фрагментов. Возможности и ограничения этих методов рассмотрены в [73, 74]. Особое место занимает уникальный и прецизионный метод измерения температуры кластеров (нанокапелек) сверхтекучего гелия ^4He по спектрам ИК-поглощения внедренных в них молекул, который кратко рассмотрен ниже.

4.2.3. Измерение температуры кластеров по спектрам инфракрасного поглощения внедренных в них молекул

Наиболее прямым и точным способом измерения температуры кластеров является определение их температуры по спектрам поглощения

внедренных в них молекул. Подтверждением этого являются эксперименты по инфракрасной спектроскопии молекул, внедренных в нанокапельки (кластеры) сверхтекучего гелия.

В экспериментах нанокапельки (кластеры) сверхтекучего гелия формируются при газодинамическом расширении газа из сопла в вакуум. Давление газа над соплом обычно составляет примерно от 1–2 атм до 50–60 атм. Сопло с диаметром отверстия от 5 до 50 мкм охлаждается до температуры 4–20 К. Выделенный из струи кластерный пучок проходит через камеру рассеяния длиной 5–10 см, содержащую молекулярный газ при давлении 10^{-4} – 10^{-5} торр. Проходя через камеру рассеяния, кластеры захватывают «гостевую» (исследуемую) молекулу. При дальнейшем движении к масс-спектрометру, анализирующему пучок, кластеры подвергаются воздействию перестраиваемого по частоте лазерного излучения. Когда лазерное излучение находится в резонансе с «гостевой» молекулой, поглощенная энергия приводит к обеднению пучка — испарению атомов гелия из кластера — и уменьшению сигнала масс-спектрометра. Следовательно, перестраивая частоту лазера, можно получить ИК-спектр поглощения исследуемой молекулы внутри капелек сверхтекучего гелия.

В полученных таким способом спектрах отчетливо проявляется вращательная структура, на основе которой можно определить заселенности вращательных уровней молекулы, а следовательно, и температуру молекулы внутри кластера. Сопоставление экспериментально полученного спектра с результатами расчета позволяет уточнить полученную температуру.

В качестве примера на рис. 4.8, *а* приведен спектр поглощения колебания молекул SF_6 внутри капелек ^4He , а на рис. 4.8, *б* — спектр поглощения колебания молекул OCS . Видна хорошо разрешенная вращательная структура, которая позволяет определить температуру кластеров [75, 76]. Так, показанные на рис. 4.8, *а*, *б* спектры, соответствуют температуре молекул внутри капелек гелия около 0,38 К. Отметим, что при указанной температуре полная ширина спектра ИК-поглощения колебания молекул SF_6 не превышает $0,5 \text{ см}^{-1}$, что существенно меньше величины изотоп-сдвига в указанном колебании ($\approx 8,5 \text{ см}^{-1}$). Это открывает возможность высокоселективно возбуждать молекулы внутри нанокапелек сверхтекучего гелия с помощью мощных ИК-лазеров и использовать этот процесс для селекции молекул, внедренных в капельки, по изотопному (компонентному) составу.

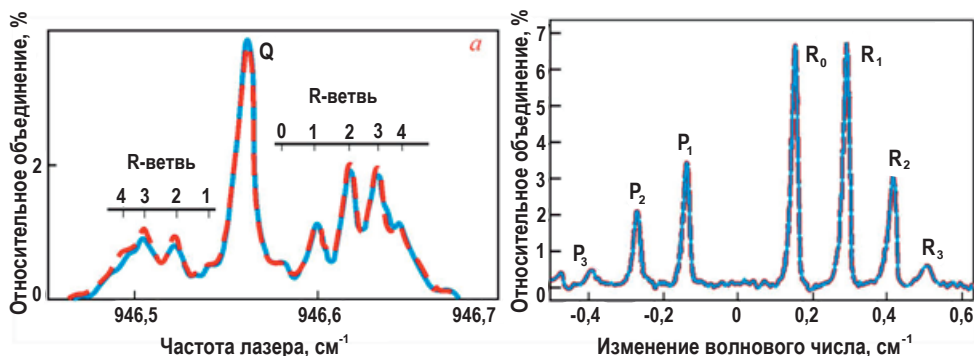


Рис. 4.8. *a* — ИК-спектр поглощения колебания молекул SF_6 внутри капельки ^4He ($N = 2700$) (сплошная кривая). Для сравнения показан результат расчета спектра свободно вращающейся молекулы (штриховая линия) [75]; *б* — ИК-спектр поглощения колебания молекул OCS внутри капельки ^4He [76]

4.2.4. Измерение температуры кластеров с помощью молекул, используемых в качестве миниатюрных зондов-термометров

В работе [77] было показано, что молекулы SF_6 , захваченные большими ван-дер-ваальсовыми кластерами (наночастицами) $(\text{CO}_2)_N$ в пересекающемся кластерном и молекулярном пучках, через определенное время сублимируют (испаряются) с поверхности кластеров, неся информацию о скорости и температуре кластеров. В этой работе подробно описан предложенный молекулярно-зондовый метод определения температуры кластеров и наночастиц и представлены результаты детального исследования с помощью указанного метода температуры кластеров.

Суть предлагаемой идеи состоит в том, что если на поверхности кластера осела молекула вещества и если ее сила связи меньше, чем сила связи молекул кластера между собой, то молекула испарится с него довольно быстро. Причем, чем больше температура кластера, тем большую скорость приобретает молекула. Скорость молекул можно измерить по времени пролета и по полученному спектру рассчитать температуру кластера.

Суть эксперимента и метода поясняет рис. 4.9. Интенсивный импульсный кластерный пучок $(\text{CO}_2)_N$ пересекается под прямым углом с импульсным молекулярным пучком SF_6 . В пересечениях кластерного пучка с молекулярным происходит захват молекул SF_6 кластерами

$(\text{CO}_2)_N$. При этом молекулы передают кластерам импульс, в результате чего кластеры отклоняются на определенный угол Θ . Таким образом, для реализации данного метода необходимо, чтобы энергия связи мономеров в кластере была больше энергии связи кластерной молекулы с молекулой-зондом. В этом случае с поверхности кластера без его возбуждения с большой вероятностью будут сублимировать захваченные молекулы, а не молекулы (атомы) самого кластера.

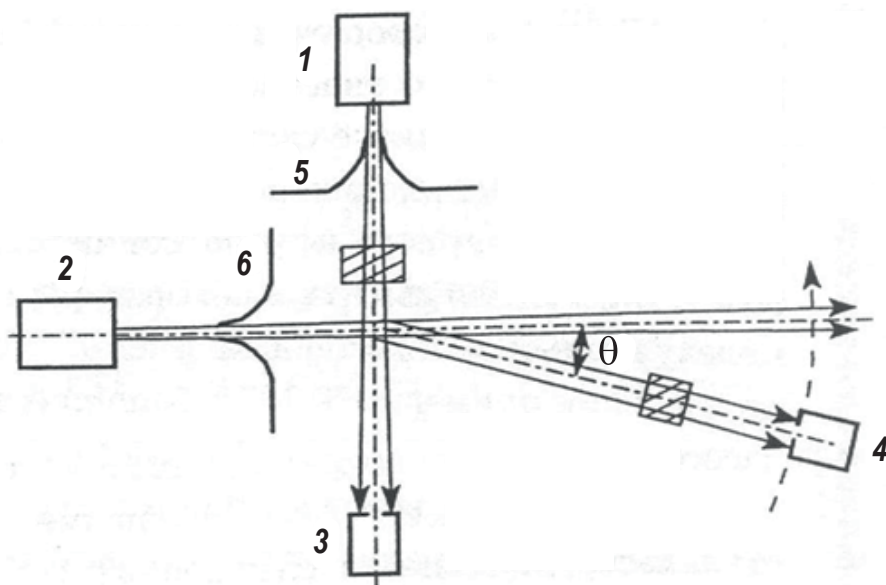


Рис. 4.9. Схема эксперимента: 1, 2 — импульсные сопла; 3, 4 — пироприемники; 5, 6 — скиммеры; заштрихованы сечения лазерных пучков

В проведенных экспериментах было обнаружено, что захваченные кластерами молекулы SF_6 на поверхности кластера $(\text{CO}_2)_N$ через определенное время сублимируют с поверхности кластера. Это было установлено по индуцированному колебательно-возбужденными молекулами SF_6 сигналу на приемнике, детектирующем кластерный пучок, а также по форме времяпролетных спектров кластерного пучка $(\text{CO}_2)_N$, полученных без молекулярного пучка и с молекулярным пучком.

Время жизни τ молекулы SF_6 на поверхности кластера $(\text{CO}_2)_N$ зависит от энергии сублимации (парообразования) SF_6 и температуры кластера $(\text{CO}_2)_N$, его можно оценить из выражения [78]:

$$\tau = \tau_0 \cdot e^{\left[\frac{\Delta E_s}{k_b T_{cl}} \right]^2}, \quad (4.3)$$

где τ_0 — период колебания молекулы на поверхности кластера относительно ван-дер-ваальсовской связи. Оценки, сделанные в [77], на основе литературных данных для приведенных в выражении (4.3) параметров ($\tau_0 \approx 10^{-13}$ с, теплота сублимации $E_s = 5,46$ ккал/моль, $T_{cl} = 100\text{--}120$ К) показывают, что время τ составляет от нескольких десятков до нескольких сотен микросекунд.

Времяпролетным методом была измерена скорость (кинетическая энергия) молекул SF_6 , сублимирующих с поверхности кластеров, и на основе этих измерений определена температура кластеров $(\text{CO}_2)_N$ в кластерном пучке, $T_{cl} = 100 \pm 15$ К. Этот результат находится в хорошем согласии с данными по температуре больших кластеров $(\text{CO}_2)_N$ ($N \geq 10^3$), генерируемых в сопловых источниках без газа-носителя, которые получены методом дифракции электронов.

Отметим, что если в рассматриваемом методе в качестве зондов термометров использовать атомы гелия или неона (т. е. атомы вещества, характеризующегося очень низкой энергией испарения), а для измерения кинетической энергии использовать времяпролетный метод, то, в принципе, можно определить температуру любых кластеров и наночастиц в пучке [77].

4.2.5. Методы измерения температуры плавления кластеров

Макроскопическое вещество имеет четко определенную температуру плавления T_m при данном давлении. Плавление вещества проявляется в изменении формы образца, которое можно наблюдать визуально. В отличие от макроскопического вещества кластеры не имеют четко фиксированной температуры плавления. В кластере твердая и жидкая фаза в некоторой области температур сосуществуют. При плавлении в кластерах проявляется много различных свойств. Измерение температуры и теплоты плавления кластеров сталкивается с большими трудностями. Для кластеров достаточно большого размера ($N=10^3\text{--}10^6$) можно применить дифракционные методы. Однако с уменьшением размера кластера определение температуры плавления становится принципиально сложной проблемой. Вместе с тем температура плавления кластеров является одним из наиболее важных физических параметров, представляющих большой интерес с точки зрения как научных, так и технологических применений

кластеров и нанокластеров. Нанокластер — разновидность наночастиц, представляющая собой аморфную или поликристаллическую наноструктуру, хотя бы один характерный размер которой находится в пределах 1–10 нм [70]. Исследование нанокластеров металлов на поверхности твердого тела вызывают в настоящее время повышенный интерес, обусловленный, прежде всего, необходимостью создания фундаментальных физических основ для дальнейшего развития нанотехнологии, которая позволит перейти к использованию одноэлементных устройств и нанoeлектроники, новых электронных и магнитных материалов, нанокатализаторов, наноструктурированных конструкционных материалов.

Исследованию плавления кластеров посвящено много экспериментальных и теоретических работ [74, 79–84]. Установлено, что фазовый переход твердое тело–жидкость для кластеров отличается от такового для макроскопических тел тремя основными особенностями:

- 1) температура плавления понижается с уменьшением размера частиц;
- 2) фазовый переход происходит в некоторой ограниченной области температур;
- 3) теплота плавления частиц меньше теплоты плавления макроскопического вещества. Установлено также, что температура плавления небольших кластеров ($N \leq 200$) может сильно флуктуировать в зависимости от их размера.

Первые экспериментальные измерения температуры плавления кластеров были выполнены [82] с помощью пропускающего электронного микроскопа. Метод основан на том, что в точке плавления наблюдается изменение дифракционной картины, обусловленное разупорядочением структуры кластеров. Наблюдалось уменьшение температуры плавления кластеров с уменьшением их размера. Следует, однако, отметить, что для исследования кластеров небольшого размера метод дифракции электронов непригоден ввиду малой интенсивности линий и их уширения [73]. Кроме того, этим методом невозможно измерить теплоту плавления кластеров, поскольку он чувствителен только к их структуре.

В работе [83] температура плавления кластеров свинца радиусом 100–500 Å определялась на основе измерений отражательной способности R указанных частиц, внедренных в прозрачную матрицу.

Для данного материала отражательные способности твердой и жидкой фаз различны. Следовательно, измеряя зависимость отражательной способности от температуры, можно определить температуру фазового перехода. Для кластеров разного размера в области температур 390–460 К авторы работы [83] при увеличении температуры наблюдали скачок в зависимости $R(T)$. Анализ данных позволил определить температуры плавления кластеров. Установлено, что температура плавления частиц понижается с уменьшением их радиуса. Следует отметить, что на результаты этих измерений существенное влияние могло оказать поверхностное плавление кластеров.

Калориметрический метод измерения температуры плавления больших кластеров разработан в [84]. Исследовалось плавление частиц олова радиусом 50–500 Å, содержащих до 10^7 атомов. Частицы осаждались на поверхность из SiN тонкопленочного калориметра. Калориметрические измерения проводились посредством подачи электрического импульса на нагреватель, состоящий из тонкой пленки Ni. Этот импульс приводил к нагреву системы, включающей в себя нагреватель, SiN-мембрану и образец Sn. В реальном времени измерялись величины проходящего через систему тока и приложенного напряжения. Как только частицы олова начинали плавиться, сразу возникало резкое увеличение скорости потребления энергии. Последующий анализ изменения сопротивления нагревателя во времени позволял получать точные значения температуры системы, а также полной энергии, вложенной в систему. Установлено, что температура плавления кластеров резко падает (примерно от 220 до 150 °C) с уменьшением их среднего радиуса от 500 до 50 Å. Для объемного вещества $T_m = 232$ °C. Теплота плавления кластеров также сильно уменьшается — от 58,9 Дж г⁻¹ (для объемного вещества) до ≈ 16 Дж г⁻¹, т. е. примерно на 70 %.

Уменьшение температуры плавления наноразмерных кластеров благородных металлов (Au, Ag) на поверхности различных материалов (W, C) при уменьшении латерального размера d нанокластера наблюдалось экспериментально [81]. По изображениям ансамбля нанокластеров и отдельного нанокластера, полученных методом просвечивающей электронной микроскопии, было установлено, что нанокластеры латерального размера $d \approx 2$ нм имеют округлую форму и обладают кристаллической решеткой. Высоту h кластеров в приближении их полусферической формы принимали равной половине

их латерального размера d , определяемого как диаметр круга, площадь которого равна площади основания нанокластера. Наиболее существенное уменьшение температуры плавления нанокластеров наблюдалось при $d < 5$ нм ($h < 2,5$). При $d < 2$ нм температура плавления нанокластеров T_m может составлять 400 К. Таким образом, нанокластеры некоторых металлов размером $d < 2$ нм могут находиться в жидком состоянии при температурах, близких к комнатной, что необходимо учитывать при разработке материалов на основе нанокластеров металлов.

Один из современных широко используемых методов измерения температуры плавления нанокластеров — метод дифракции электронов [85]. Он основан на размытии дифракционных колец от ансамбля наночастиц при их переходе из твердого в жидкое состояние. Другой метод базируется на измерении тока автоэмиссии электронов из нанокластеров [86], осажденных на металлическое острие электронного эмиссионного микроскопа. Поскольку ток эмиссии чувствителен к форме кластера, температуру его плавления можно определить по изменению наклона зависимости тока автоэмиссии от приложенного напряжения. К сожалению, данный метод существенно ограничен необходимостью использования проводящих подложек.

Новая, относительно простая методика определения температуры плавления нанокластеров, связанная с измерением интенсивности упругорассеянных электронов малых энергий, предложена в работе [81]. Представленные зависимости температуры плавления нанокластеров Au на поверхности SiO_2 и Ni, полученные из спектров упругого рассеяния электронов, показали, что с уменьшением высоты h кластеров Au с 5 до 1 нм наблюдается понижение температуры плавления от 1337 К (значение, характерное для объемного Au) до 500 К. Приведенные данные находятся в соответствии с экспериментом для систем кластеров Au на поверхности аморфного углерода [85] и вольфрама [86]. Помимо золота аналогичный эффект наблюдается у многих металлов (Ag, Al, Bi, Cu, Ga, In, Pb, Sn) [87]. В качестве примера на рис. 4.10 показано достаточно резкое снижение температуры плавления наночастиц золота Au и сульфата кадмия CdS при уменьшении их диаметра. При размерах кластера золота более 1000 атомов температура плавления приближается к стандартному значению.

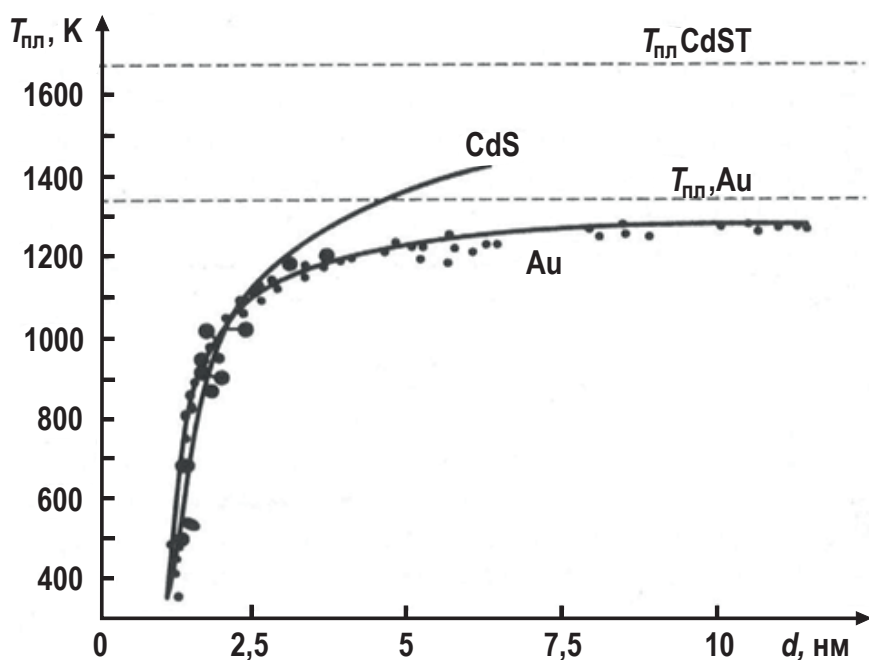


Рис. 4.10. Зависимость температуры плавления от размеров наночастиц

Ряд других методов, разработанных для определения температуры плавления кластеров, достаточно подробно рассмотрен в обзорах Г. Н. Макарова [73, 74].

В целом можно отметить, что размеры кластера являются активной переменной, определяющей вместе с другими термодинамическими переменными состояние системы и ее реакционную способность. Это означает, что с наномасштабными частицами возможно осуществление реакций, которые не могут происходить с веществами в компактном состоянии. Зависимость химической активности от размеров реагирующих частиц объясняется тем, что свойства индивидуальных атомов и формируемых из атомов кластеров и наночастиц отличаются от свойств компактного объемного вещества. При этом оказалось, что отдельные физические характеристики кластеров достигают своих значений, присущих для объемных материалов, при разных размерах кластера. Таким образом, размеры кластера, при которых он ведет себя как объемный материал, зависят от измеряемой характеристики. Причину таких изменений в свойствах, по-видимому, следует искать в различии природы индивидуальных взаимодействий атомов, составляющих материал, и взаимодействий, усредняемых в массивном материале.

5. РАДИОЯРКОСТНАЯ ТЕМПЕРАТУРА И СВЧ-РАДИОМЕТРИЯ

5.1. Характерные особенности радиофизических методов дистанционного зондирования

Дистанционные методы измерения физических характеристик, основное преимущество которых по сравнению с контактными методами заключается в высокой скорости регистрации данных, широко используются и играют важную роль при решении различных задач в самых разных отраслях науки и техники от экотехнологий, медицины, оборонно-промышленного комплекса до археологии и радиоастрономии [96–106, 121–134]. При этом возникает проблема рационального выбора спектрального диапазона электромагнитного излучения (ЭМИ), используемого для дистанционного зондирования.

Например, волны (частоты) электромагнитного излучения, используемые для дистанционного зондирования в системах мониторинга окружающей среды, занимают широкий участок спектра от 0,3 мкм до 1,3 м с разбиением на поддиапазоны: ближний ультрафиолетовый (0,3–0,4 мкм), видимый (0,4–0,76 мкм), ближний инфракрасный (ИК, 0,76–1,5 мкм), средний и дальний ИК (1,5 мкм–1 мм), сверхвысоко-частотный (СВЧ, 1 мм–1,3 м). СВЧ диапазон принято делить на три основных поддиапазона: миллиметровый (1–10 мм), сантиметровый (1–10 см) и дециметровый (10–130 см). Широко используются два СВЧ поддиапазона, которые принято называть как L-диапазон (15,8–63 см) и P-диапазон (63–100 см).

Наряду с оптическими [96–100], в последнее время находят все более широкое применение радиометрические методы исследования [101–106], которые дают возможность получать не только поверхностные, но и глубинные характеристики земного покрова. Такие характеристики позволяют, например, следить за влажностью почв сельскохозяйственных полей, а также обнаруживать очаги пожаров, возникающие в торфяных образованиях.

Реальный участок спектра, выбираемый для изучения объекта окружающей среды, определяется многими обстоятельствами, к которым относятся поглощение и рассеяние электромагнитных волн атмосферой Земли, а также их взаимодействие с земными покровами и водными объектами. Атмосфера является в определенной степени ограничивающим фактором для выбора рабочего диапазона в задачах дистанционного мониторинга. Например, в принципе диапазон декаметровых волн может применяться для глубинного зондирования с использованием самолетов-лабораторий, но его применение затруднено в космических системах из-за того, что земная ионосфера является экраном для этих волн. Аналогичная ситуация имеет место в случае ультрафиолетового излучения, которое интенсивно поглощается газами атмосферы. Таким образом, возникает вопрос о прозрачности атмосферы в конкретном диапазоне длин волн. Так, например, некоторые волны инфракрасного и субмиллиметрового диапазонов интенсивно поглощаются парами воды, что практически исключает их из рассмотрения в качестве «инструмента» дистанционного зондирования. Облака сильно ослабляют световое излучение и препятствуют наблюдению земной поверхности из космоса на многих территориях.

Основная специфика радиофизических методов связана с большой радиопрозрачностью атмосферы. В этом их важное преимущество по сравнению с оптическими, в том числе и инфракрасными методами, так как применение приборов оптического и инфракрасного диапазонов возможно лишь в районах с малой облачностью. Следовательно, основное преимущество радиофизических методов дистанционного мониторинга состоит в их всепогодности. Безусловно, и здесь имеются определенные проблемы, над решением которых работают специалисты многих стран. Например, на волне 1,35 см имеется линия поглощения паров воды, а в диапазоне 0,5 см действует полоса поглощения кислорода.

Основной недостаток радиофизических методов дистанционного зондирования состоит в сравнительно низкой пространственной разрешающей способности по сравнению с оптическим диапазоном. В радиодиапазоне высокое пространственное разрешение достигается за счет применения многоканальности и специализированных методов обработки данных.

Радиофизические методы условно делятся на два класса: активные и пассивные. Под активными понимаются методы, изучающие характер отражения, рассеяния и поглощения волн, излучаемых источником с известной спектральной плотностью. В оптическом диапазоне такими источниками являются Солнце, лазеры и другие световые излучатели. В радиодиапазоне активные методы широко применяются с использованием средств радиолокации. При этом объектом изучения является мощность отраженного и рассеянного излучения, его спектральный состав и поляризационные свойства, фаза и время распространения.

Под пассивными методами понимаются те, которые используют анализ собственного (теплого) излучения природных образований. Здесь принимается во внимание то обстоятельство, что характер собственного излучения определяется как температурой вещества, так и его физическими свойствами. Поэтому пассивные методы применяются как для измерения температуры, так и для определения различных параметров среды. Особенно эффективны эти измерения при многоканальном зондировании, согласованном с алгоритмами обработки данных [101; 108].

Интенсивность собственного излучения в СВЧ-диапазоне носит название «радиотеплового» излучения, а соответствующая температура — радиояркостной температуры — РЯТ.

Разработанные приборы радиометрического зондирования (радиометры) способны осуществлять измерения отраженных сигналов и регистрировать собственное излучение объектов [102; 104]. В литературе по температурным измерениям нашел применение термин «радиопирометры» [107], под которыми понимаются пирометры, работающие в радиодиапазоне и использующие для концентрации излучения элементы радиотехники: антенны, волноводы и т. п.).

Отметим также, что в радиоастрономии исследования проводятся с использованием ультракоротковолнового излучения космических объектов (сантиметровые и дециметровые волны, которые, как отме-

чалось, слабо поглощаются атмосферой). При этом радиотелескопами (площадью до 10^4 м^2) можно определить температуру и физические свойства поверхностного слоя планет солнечной системы и самого Солнца. Радиотелескопы также являются единственным средством исследования ядра Галактики, а также Метагалактики, в том числе сверхзвезд, квазаров, удаленных от Земли, обладающих радиосветимостью, но недоступных наблюдению в самые совершенные оптические телескопы. Установлено, например, что массы сверхзвезд очень велики (10^8 – 10^9 масс Солнца), а их радиосветимость на несколько порядков больше светимости всей нашей Галактики.

Расчеты для теплового радиоизлучения несколько упрощаются по сравнению с тепловым излучением, например, ИК-диапазона. Связано это с тем, что обычно применяемое радиоизлучение имеет монохроматический (спектральный характер), в то время как тепловое излучение является интегральным по спектру длин волн.

5.2. Возможности дистанционного зондирования Земли (ДЗЗ) в различных спектральных диапазонах электромагнитного излучения

Температурное зондирование земной поверхности из космоса позволяет получать важную информацию о происходящих физических, химических и биологических процессах, решать актуальную проблему оперативного обнаружения и мониторинга чрезвычайных ситуаций: пожары, вулканы, землетрясения и т. д. Для мониторинга больших территорий целесообразно использовать спутниковые данные, в том числе данные систем EOSMODIS и NOAAPOES.

Сигнал, измеренный в канале спутникового прибора с длиной волны λ , может быть представлен следующим образом [96]:

$$L_K(\lambda) = L_{\Pi}(\lambda) + L_{\text{АТМ}}(\lambda) + L_{\text{ОП}}(\lambda) + L_{\text{Р}}(\lambda) + L_{\text{БП}}(\lambda), \quad (5.1)$$

где $L_K(\lambda)$ — излучение, измеренное в канале прибора; $L_{\Pi}(\lambda)$ — искаженное атмосферой тепловое излучение поверхности; $L_{\text{АТМ}}(\lambda)$ — тепловое излучение атмосферы; $L_{\text{ОП}}(\lambda)$ — излучение, отраженное от поверхности; $L_{\text{Р}}(\lambda)$ — рассеянное атмосферной излучение; $L_{\text{БП}}(\lambda)$ — вклад «бокового подсвета».

Величина $L_{\Pi}(\lambda)$, в свою очередь, равна:

$$L_{\Pi}(\lambda) = \varepsilon_{\lambda} \cdot B[\lambda, T_{\Pi}] \cdot P_{\lambda}, \quad (5.2)$$

где ε_{λ} — излучательная способность поверхности; P_{λ} — функция пропускания атмосферы; $B[\lambda, T_{\Pi}]$ — функция, обратная функции Планка; T_{Π} — температура поверхности.

Таким образом, задача восстановления температуры земной поверхности (ТЗП) заключается в исключении из измеренного сигнала величин $L_{\text{АТМ}}(\lambda)$, $L_{\Pi}(\lambda)$, $L_{\text{р}}(\lambda)$, $L_{\text{БП}}(\lambda)$, нахождении функции пропускания P_{λ} , определении $L_{\Pi}(\lambda)$, восстановлении с помощью функции, обратной функции Планка, температуры поверхности T_{Π} .

Одним из ключевых параметров, затрудняющих высокоточное дистанционное определение температуры поверхности суши, является излучательная способность поверхности Земли. Значения излучательной способности поверхности суши различны для разных типов земной поверхности и зависят как от угла, так и от длины волны излучения.

Возможность получения информации не только о характеристиках водной и земной поверхностях, но и о глубинных характеристиках, зависит от выбора диапазона электромагнитного излучения. В инфракрасном диапазоне все излучение формируется в очень тонком поверхностном слое. Электромагнитные волны СВЧ диапазона сильно поглощаются земной и водной поверхностями. Глубина их проникновения в водную среду варьируется от сотых долей до единиц миллиметра. В то же время в сухих грунтах, материковых льдах и сухом снеге эта величина может достигать нескольких десятков длин волн. Это позволяет осуществлять дистанционные исследования почвы, ледяного и снежного покрова до значительных глубин (радиоволны могут проникать в грунт до глубины порядка одного метра).

В отличие от суши, водная поверхность для ИК-диапазона спектра близка по излучательной способности к абсолютно черному телу (АЧТ). Поэтому к настоящему времени достигнут значительный прогресс в методах дистанционного картирования с требуемой точностью глобальных полей температуры поверхности океана [119]. Точность спутниковых оценок температуры поверхности суши заметно ниже точности оценок температуры поверхности океана вследствие «нечерноты» поверхности суши и большой пространственно-временной изменчивости температуры и излучательной способности поверхности суши [98].

Дистанционное радиофизическое зондирование земных покровов, атмосферы и акваторий мирового океана основано на регистрации

собственного или отраженного и рассеянного ЭМИ в СВЧ диапазонах [101–102]. При этом возможность получения информации о свойствах элементов окружающей среды определяется тем, что характер собственного (теплого) излучения, механизмы отражения и рассеяния активных излучений являются функциями физических и геометрических свойств этих элементов. При радиозондировании, основанном на высокой радиопрозрачности атмосферы в СВЧ диапазонах, широко применяются такие же показатели взаимодействия ЭМИ со средой, как и при видимом и инфракрасном излучениях.

Наличие в СВЧ диапазоне областей резонансного поглощения позволяет проводить дистанционное восстановление метеорологических параметров атмосферы, таких как вертикальные профили температуры и влажности, полная масса водяного пара и водозапас облаков, интенсивность дождя и др. Проникающая способность радиоволн дает преимущество особенно при зондировании непосредственно земных покровов. Неплотная растительность (трава, злаковые и т. п.) в основном слабо поглощает радиоволны и поэтому можно производить сквозь нее «радионаблюдение» почвенных покровов.

В соответствии с приближением Релея-Джинса и законом Кирхгофа радиояркостную температуру можно представить в виде [101]:

$$T_{\text{я}} = kT_{\text{э}}, \quad (5.3)$$

где k — коэффициент излучения (или поглощающая способность поверхности, или степень черноты), $T_{\text{э}}$ — эффективная температура поверхности.

Мощность, регистрируемая полностью согласованным приемником, будет равна

$$W = kT_{\text{э}}\Delta f,$$

где Δf — полоса принимаемого излучения.

Важным обстоятельством реализации радиофизических измерений является их калибровка. Цель калибровки состоит в приведении измерений в единую систему отсчетов. В пассивном режиме для этого используются реперные объекты с априори известной яркостной температурой. Обычно в качестве таковых выбирают лес или водоемы с пресной водой. При этом яркостная температура леса приравнивается к термодинамической температуре крон деревьев, а яркостная температура водоема рассчитывается в соответствии со стандартной методикой [109–110].

В измерениях, производимых с помощью радиометров (радиопирометров) различных диапазонов, устанавливаемых на борту самолёта или искусственного спутника Земли, используется соотношение, связывающее радиояркостную температуру $T_{\text{я}}$ на рабочей частоте ν с термодинамическими и электрофизическими характеристиками среды:

$$T_{\text{я}} = \varepsilon \int_0^{\infty} T(h) \alpha(h) \exp \left[- \int_0^{\infty} \alpha(h') dh' \right] dh = - \varepsilon \int_0^{\infty} T(h) dF(h), \quad (5.4)$$

где h — глубина проникновения электромагнитной волны в поглощающую среду; $\alpha(h)$ — коэффициент поглощения энергии радиосигнала ($\alpha(h) > 0$); ε — излучательная способность среды; $T(h)$ — термодинамическая температура среды.

Соотношение (5.4) позволяет по величинам $T(h)$ и $\alpha(h)$ находить значение $T_{\text{я}}$ (прямая задача) и по $T_{\text{я}}$ находить $T(h)$ и $\alpha(h)$ (обратная задача). Для различных видов зависимости величины $\alpha(h)$ ряд аналитических выражений для вычисления радиояркостной температуры получен в работе [111]. Там же показаны возможности использования полученных соотношений для решения обратных задач и проведена оценка выбора диапазона частот радиометрического зондирования.

5.3. Торфяные пожары и саморазогревание торфа

Лесные и торфяные пожары — особо опасные явления, что делает актуальным развитие методов мониторинга очагов горения в сложных метеоусловиях при наличии маскирующего действия дыма [105]. А. Е. Башаринов и С. Т. Егоров предложили использовать самолетные СВЧ-радиометры для оперативного обнаружения очагов лесных и торфяных пожаров, оценки их пирологических свойств [112–113]. На рис. 5.1 показаны профили радиояркостной температуры, зафиксированные на борту Ил-14 с помощью радиометра диапазона 0,8 см при исследовании прикрытых густым дымом горящих штабелей торфа, торфяного болота и лесного пожара на торфянике [112–113]. Приращение радиояркостной температуры в первом случае составило 100–200 К, во втором 100–300 К, в третьем 30–70 К, что заметно превышает вариации фоновое излучения лесоболотных комплексов (5–20 К) и собственных шумов аппаратуры.

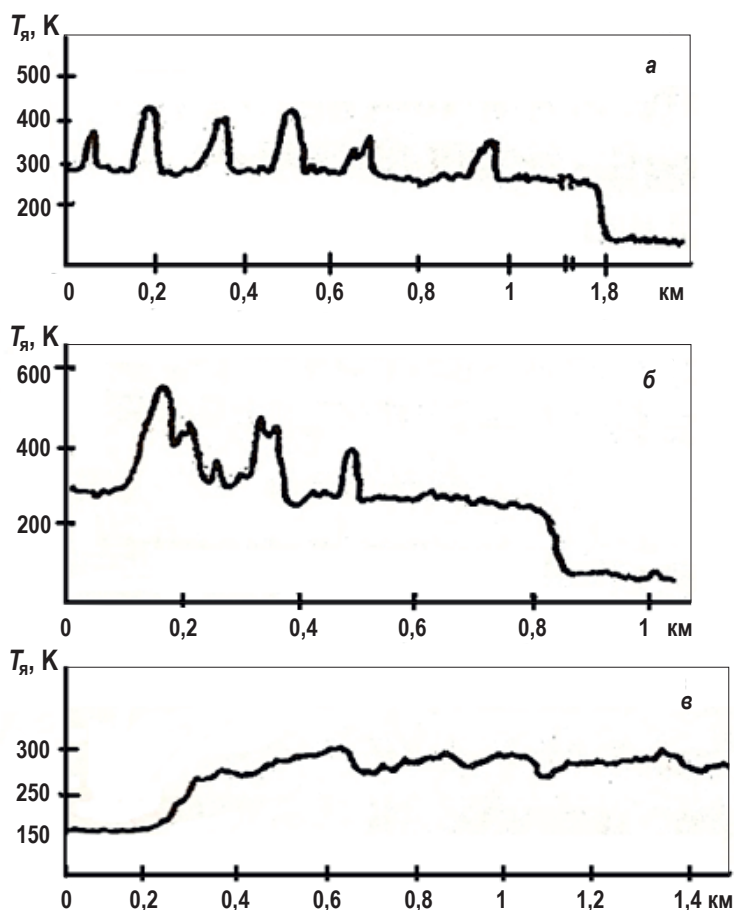


Рис. 5.1. Профили радиояркостной температуры на волне 0,8 см, полученные при полетах: *а* — над караваном горящих штабелей торфа; *б* — над дымящим торфяным болотом; *в* — над лесным пожаром на торфянике. Уровни 150 К — радиояркость водной поверхности

В спектрах торфяников отмечено аномальное снижение коэффициента излучения в диапазоне длин волн 10–20 см, а также существенное увеличение коэффициента поглощения в том же диапазоне. Эти факты, подтвержденные многочисленными самолетными, наземными и лабораторными измерениями, объясняются капиллярно-пористой комковатой структурой торфа с резкими различиями диэлектрических свойств частиц, заполненных водой, и воздуха внутри и между частицами. В ходе натурных работ и обработки их результатов установлено, что по спектральным характеристикам на СВЧ раз-

личимы три группы участков штабелей торфа с разными температурами внутреннего разогрева. Прежде всего это ординарные участки с температурой 20–55 °С, не имеющие глубинных температурных аномалий. Значение влажности торфа под поверхностью здесь колеблется от 40 до 60 %. Среднее значение показателя преломления при этом изменяется от 1,25 до 3,5. В процессе развития саморазогревания при повышении температуры торфа на глубине 1 м до 60–75 °С происходит интенсивный перенос влаги из разогретой области очага к более холодной поверхности. Влага конденсируется в мелких порах и капиллярах под поверхностью торфа, увеличивая как среднюю величину показателя преломления (до 4,5), так и дисперсию его пространственных флуктуаций. Ухудшение притока кислорода внутрь штабеля препятствует на некоторое время дальнейшему подъёму температуры, и она колеблется около 65–75 °С. После испарения через поверхность штабеля определенной массы воды вновь облегчается приток кислорода к очагу, что ведет к дальнейшему росту температуры. Это, в свою очередь, ускоряет отток влаги из зоны очага и т. д.

Спектральные характеристики участков с температурой 60–75 °С отличаются усилением аномального эффекта и смещением области его проявления в сторону более длинных волн, а с температурой свыше 75 °С — повышенным средним значением яркости в дециметровом радиодиапазоне.

Отмеченные свойства радиотеплового излучения создают основу бесконтактных методов индикации температурных и влажностных характеристик торфа, наличия очагов саморазогревания в штабелях.

5.4. Лесные пожары

На рис. 5.2 показаны профили радиояркостной температуры (радиояркости) в диапазоне длин волн 1,35 см, полученные при полете на высоте 150 м над очагом лесного пожара по направлениям вдоль и поперек распространения дымового шлейфа. В первом случае четко выделяются три области очага: тыл, выгоревшая часть и фронт пожара. Максимальные значения радиояркости на флангах пожара в данном случае одинаковы.

Во многих случаях линейные размеры сечения откликов самолетных радиометров от тактических частей пожара существенно превышают размеры «пятна» антенны, что свидетельствует о существенном вкладе радиотеплового излучения углей, горящего почвенного покрова и прогретой почвы в радиационные характеристики очага пожара.

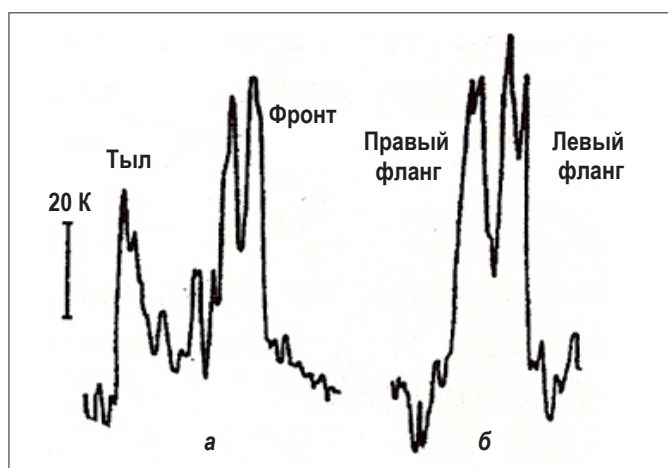


Рис. 5.2. Профили приращения радиояркостной температуры на волне 1,35 см, полученные при полетах над очагом низового пожара: *a* — вдоль дымового шлейфа; *б* — поперек дымового шлейфа

На рис. 5.3 приведены результаты усреднения максимальных вариаций радиояркости, зафиксированных в ходе многократных пролетов над очагами пожара с разными курсами. Заметен максимум в спектре излучения тыла пожара в диапазоне волн около 1,3 см.

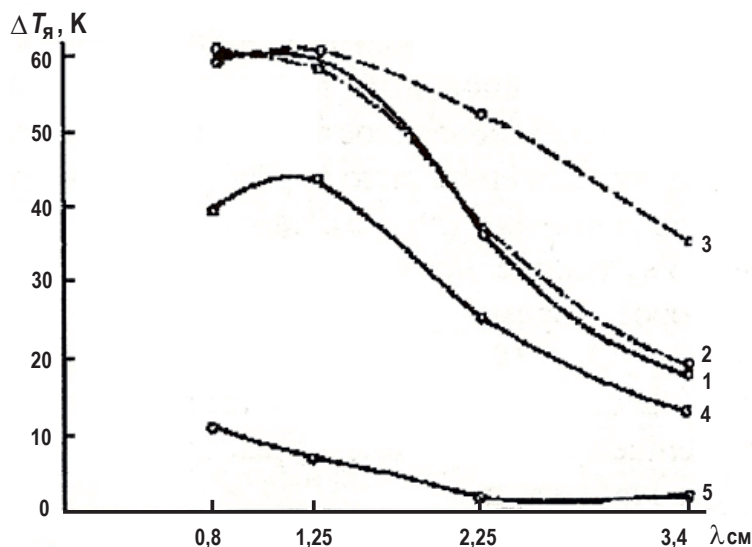


Рис. 5.3. Усредненные спектральные характеристики зон пожара: 1 — фронт; 2 — левый фланг; 3 — правый фланг; 4 — тыл; 5 — выгоревшая часть

5.5. Гидрологический режим лесоболотных территорий и их пожарная опасность

Для оценки влагосодержания проводников горения и условий возникновения подземных и торфяных пожаров используются как косвенные методы, связанные с анализом данных наземных измерений и метеостанций за определенный период времени, так и методы непосредственной оценки влажности подстилки и влагозапаса болот, основанные на анализе интенсивности радиотеплового излучения соответствующих участков подстилающей поверхности, зависящего от уровня грунтовых вод, влажности почвогрунта и почвенного покрова.

В СВЧ-диапазоне радиояркостьная температура (радиояркость) сухого густого леса близка к термодинамической температуре воздуха на уровне крон деревьев, а коэффициент излучения мало отличается от коэффициента излучения абсолютно черного тела.

Зависимости параметров радиотеплового поля открытых лесных участков (поляны, гари) от объемной влажности их приповерхностного слоя совпадают с аналогичными зависимостями соответствующих почвогрунтов. Известно, что изменение влажности почвогрунтов на один процент приводит к изменению радиояркости на (2–3) К практически безотносительно к типу и плотности грунта, при этом показания СВЧ-радиометра определяются средним (в пределах пятна антенны) значением влажности. Вклад в СВЧ излучение земных покровов грунтовых вод, сосредоточенных на глубине (0,4–1) м, пропорционален длине волны и оценивается величиной (10–20) К [112].

Интенсивность излучения открытых участков заболоченного леса зависит от типа покрова и совпадает либо с радиояркостью переувлажненных почвогрунтов, либо торфяных болот, либо, наконец, водоемов (редкий подтопленный лес).

В работе [114] представлены экспериментальные кривые, показывающие изменения спектральных характеристик гарей, торфяного и сфагнового болот в процессе высыхания и увлажнения осадками, а также спектральная зависимость коэффициента излучения подтопленного леса.

Радиотепловая карта лесоболотных ландшафтов, построенная на основе предложенных методик, является, по существу, картой оценок

влажности приповерхностного слоя покровов на открытых участках леса и под пологом древостоя. Это позволяет определять соответствующие им прогнозные оценки класса горимости, выбирать оптимальные маршруты и сроки авиапатрулирования (очередной радиотепловой съемки) с целью контроля пожароопасных участков леса и наиболее вероятных направлений распространения гипотетических и возникших лесных пожаров, а также оценивать состояние естественных преград на путях их перемещения.

Мониторинг пожарной опасности и послепожарная инвентаризация леса проводится на основе данных дистанционного зондирования Земли (ДЗЗ) [115]. С применением космической информации (спутниковых данных) решаются задачи обеспечения пожарной безопасности лесных территорий. В рамках послепожарной инвентаризации выявляются лесные гари, определяется их возраст и оценивается состояние возобновления на выгоревших участках.

5.6. Диагностика состояния растительных покровов

Одним из актуальных направлений дистанционных исследований природной среды Земли является создание методов диагностики состояния растительных покровов [116]. При исследовании земных покровов значительными потенциальными возможностями обладают СВЧ радиометрические методы. Благодаря высокой чувствительности СВЧ радиометрических датчиков к уровню почвенной влаги они могут использоваться для определения интегрального влагосодержания верхнего слоя почв.

Радиоизлучательные характеристики системы подстилающая поверхность — растительный покров в основном определяются интегральными параметрами слоя растительности (температурой, биомассой, удельным влагосодержанием, сомкнутостью) и параметрами почвы, в первую очередь объемным содержанием свободной влаги. В зависимости от длины волны радиотеплового излучения растительность в той или иной степени экранирует подстилающую поверхность. В дециметровом диапазоне волн слой растительности практически радиопрозрачен для большинства видов растений и несущественно влияет на излучение, испускаемое верхним

слоем почвы. В сантиметровом диапазоне радиоволн коэффициент передачи слоя растительности уменьшается и при повышении уровня биомассы стремится к нулю, что означает практически полное экранирование подстилающей поверхности. В миллиметровом диапазоне радиоволн эффект экранирования сильно выражен практически для всех видов растительности, что свидетельствует о возможности использования этого диапазона для дистанционного определения параметров самой растительности радиометрическим методом.

Следует отметить особенности радиотепловой съемки растительного покрова, связанные с техническими возможностями существующих датчиков. Точность и достоверность дистанционных оценок в значительной степени определяется реализуемым пространственным разрешением. Ввиду того, что растительный покров в большинстве случаев неоднороден и эта неоднородность составляет один из предметов дистанционных исследований, должно быть обеспечено условие малости элемента, наблюдаемого на поверхности, по сравнению с пространственными масштабами изучаемых явлений. Этот фактор является одним из решающих при исследованиях состояния сельскохозяйственных культур, поскольку размеры полей определяют требуемое пространственное разрешение значениями от сотен до десятков метров. Для «пассивных» спутниковых систем такое пространственное разрешение реализуемо в оптическом и инфракрасном диапазонах волн. При проведении радиотепловой съемки в диапазоне СВЧ с борта самолета ширина луча антенны и требуемое пространственное разрешение определяют высоту полета и возможную полосу обзора. Так, при размерах антенны $D^2 = (1 \times 1) \text{ м}^2$, которые можно считать близкими к максимально возможным для систем, установленных на борту самолета, пространственное разрешение порядка $(100 \times 100) \text{ м}^2$ можно обеспечить при высоте полета, превышающей 400 м при длине волны $\lambda = 30 \text{ см}$, 4 км при $\lambda = 3 \text{ см}$ и 14 км при $\lambda = 8 \text{ мм}$; полосы обзора при наблюдении поверхности в угловом секторе $\pm 50^\circ$ от надира в этом случае составляют соответственно 950 м, 9,5 км и 33 км. Улучшить пространственное разрешение можно, увеличив отношение D/λ или уменьшив высоту полета (последнее ведет к сужению полосы наблюдения). Таким образом, исходя из реализуемых технических характеристик радиотепловых систем, наибольшая пространственная информативность может быть достигнута при

проведении измерений в коротковолновой части сантиметрового и в миллиметровом диапазонах волн.

Радиометрический метод определения поверхностного профиля температуры и глубины промерзания грунта рассмотрен, например, в публикации [117]. Авторы приводят результаты теоретических и экспериментальных исследований возможностей термического зондирования почвы СВЧ радиометрическим методом по разработанной методике измерений. Точность определения глубины промерзания грунта составила 15–20 %.

5.7. Идентификация морских льдов по измерениям радиояркой температуры

В рамках идентификации таких сложных и изменчивых сред, как морские льды [118], измерения наледной яркостной температуры отдельных участков многолетнего морского льда проводились в восточном секторе арктического бассейна — в пределах пакового льда у о. Жохова (архипелаг Де-Лонга). Для этого использовался модуляционный радиометр, установленный на легкой разборной наклонно-поворотной стойке высотой 3,5 м, позволявший принимать излучение исследуемой снежно-ледовой поверхности в диапазоне 0–65° на двух ортогональных линейных поляризациях. Поляризация принимаемого излучения изменялась путем поворота радиометра на 90° вокруг оси рупора.

Ширина диаграммы направленности (ДН) антенны по половинной мощности составляла 7,5°. Конструкция наклонно-поворотной стойки обеспечивала прием излучения от одного участка исследуемой поверхности при всех углах наблюдения. Для повышения точности измерений в радиометре предусмотрена система внутренней термостабилизации и периодическая его калибровка по внешнему эталону температуры, перекрывающему пятно ДН на исследуемой поверхности и находящемуся при температурах окружающей среды или жидкого азота. В процессе азотной калибровки была измерена температура неба в зените, которая в силу своей стабильности на этих широтах в зимнее время в дальнейшем служила удобным калибровочным эталоном.

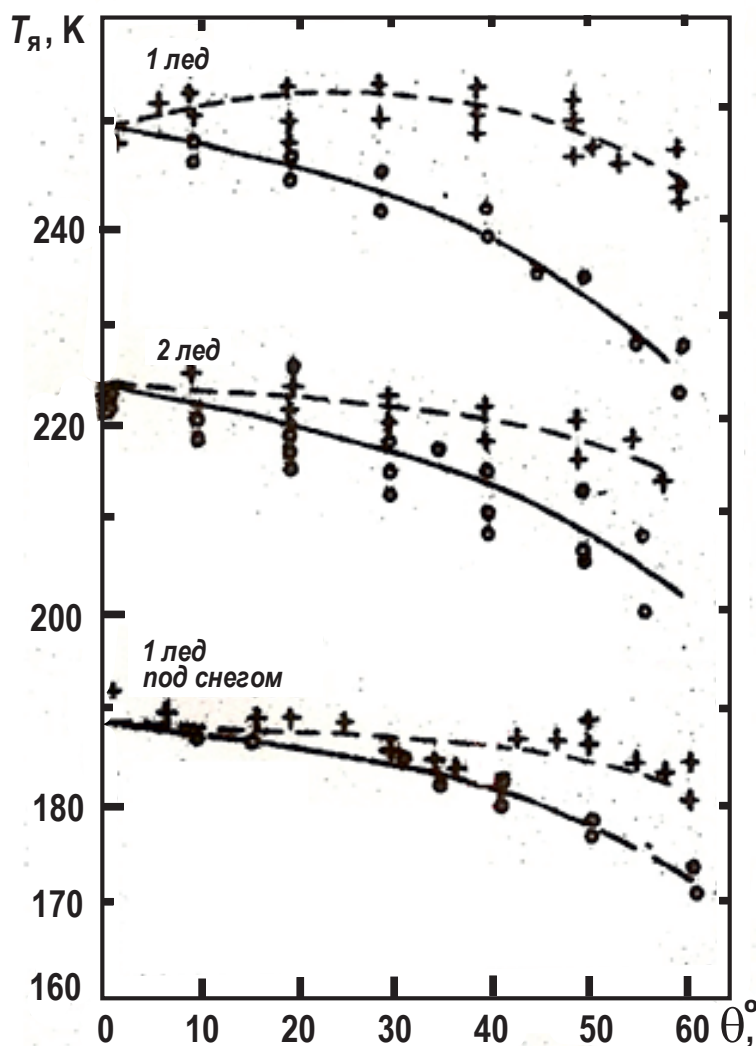


Рис. 5.4. Результаты измерений угловых зависимостей яркостной температуры двух участков многолетнего морского льда:
 1 — поверхности замерзших пресноводных озер между выступами торосов;
 2 — выступы подтаявших торосов; крестики и штриховые линии — вертикальная поляризация, кружки и сплошные линии — горизонтальная

Исследованный участок пакового льда был покрыт прочным снежным покровом толщиной 35–45 см, нижняя часть которого, более плотная, состояла из фирновых частиц диаметром около 2, а верхняя примерно 1,0–1,2 мм. Непосредственное соседство двух типов льда

способствует сопоставлению радиационных характеристик более изученных пресноводных льдов и многолетнего морского льда. Образцы льда обоих типов участков заметно различались по структуре (многолетний лед более пористый), но при этом у них наблюдалась низкая степень солёности. Температура воздуха в период проведения измерений находилась в пределах $-15 \sim -20^\circ\text{C}$. Результаты измерений угловых зависимостей яркостной температуры для упомянутых типов льда представлены на рис. 5.4.

Измерить собственное излучение снега не удастся вследствие его полупрозрачности для радиоволн. Для устранения влияния среды под снегом и одновременного удвоения измеряемой величины, что повысит точность измерений, целесообразно вдоль границы снег — лед разместить хорошо отражающий алюминиевый лист ($R_{\text{АЛ}} = 1$).

На рис. 5.5 видно, что установившееся значение яркостной температуры снега стремится к значению 180 К.

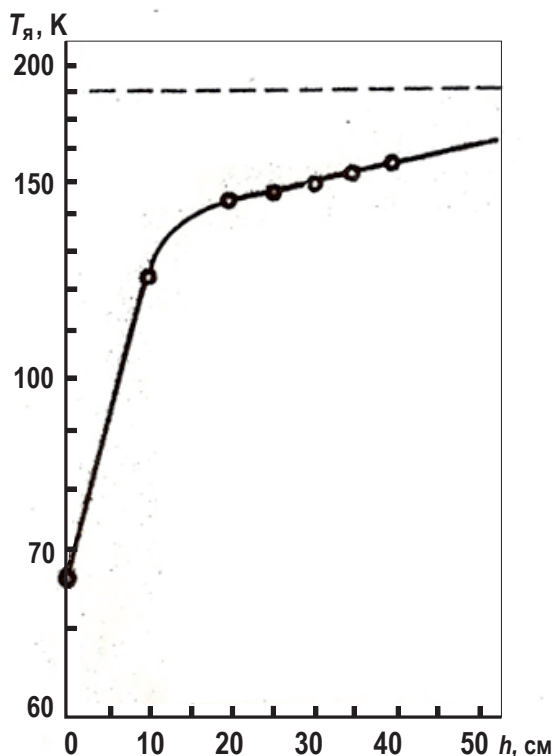


Рис. 5.5. Зависимость яркостной температуры снега $T_{\text{я}}$ от его толщины h на алюминиевой подложке для угла падения, равного 0°

Таким образом, массивы многолетнего арктического льда содержат неоднородности в виде «снежниц» с заметно отличающейся яркостной температурой, что необходимо учитывать при дешифровке результатов дистанционных измерений. Снежный покров глубиной около 0,5 м, вследствие существенного поглощения и рассеяния радиоизлучения в нем, значительно усредняет вариации радиоизлучательных характеристик толстого морского льда вблизи значений 170–200 К. Поляризационные и угловые зависимости яркостной температуры многолетнего морского льда заметно слабее, чем для воды, и еще более сглаживаются при наличии снежного покрова в результате преобладания в нем объемного рассеяния.

Отметим, что в России разработан и утвержден Департаментом науки и информационных систем Министерства природных ресурсов «Классификатор тематических задач оценки природных ресурсов и окружающей среды, решаемых с использованием материалов дистанционного зондирования Земли» [115]. Классификатор предназначен для использования при подготовке заявок на данные дистанционного зондирования Земли (ДЗЗ), а также при планировании и координации работ по созданию и развитию ведомственных, региональных и муниципальных программ ДЗЗ. Классификатор актуализирован в соответствии с возможностями современных съемочных систем ДЗЗ. Для широкого спектра задач (более 300) в Классификаторе представлена подробная информация по картографическим результатам решений и требуемым характеристикам материалов ДЗЗ. Например, 36 задач относятся к разделам «Лесные ресурсы», «Охрана и защита лесов» и «Антропогенные воздействия на леса».

Состояние и перспективы развития спутниковой СВЧ-радиометрии *L*-, *P*-диапазона рассмотрены в [104]. В этой публикации приводятся также основные характеристики спутниковых СВЧ-радиометрических комплексов, начиная с первого (установленного на космической станции Skylab, США, в 1973 г.) до планируемых к дальнейшим запускам.

Были выявлены новые тенденции в разработке конструкций СВЧ-радиометрических комплексов: отказ от разворачиваемых больших антенн диаметром более 10 метров; использование цельных антенн или их элементов из композитных материалов диаметром 3 метра; расширение поляризационных возможностей; совмещение пассивных и активных приборов с общей антенной; применение двумерных радиометров-интерферометров. Результаты космических экспериментов

с использованием разрабатываемых СВЧ радиометров дециметрового диапазона позволят оценить эффективность СВЧ радиометрии *L*-диапазона для определения влажности почв, солености морей, параметров ослабления радиоволн растительным пологом; для изучения пространственных и временных вариаций параметров подстилающей поверхности. Будут развиты необходимые модели и алгоритмы, отработаны методики проведения космических измерений, калибровки и валидации экспериментальных данных.

Отметим, что с использованием информации космических аппаратов в рамках программы DMSP (Defense Meteorological Satellite Program) создана многолетняя пополняемая электронная коллекция глобальных полей радиояркой температуры GLOBAL-Field, содержащая в настоящее время глобальные радиотепловые поля Земли за период 1995—2007 гг. Поля коллекции GLOBAL-Field пригодны для изучения энергоемких термодинамических процессов, ответственных за перенос тепла и массы (особенно влаги) в атмосфере, в широком диапазоне пространственно-временных масштабов. Методика изучения структуры радиотеплового поля Земли и распределения влагозапаса тропосферы, разработанная в Институте космических исследований РАН, представлена в публикации [106]. Преимущества методики показаны на примере анализа глобальных радиотепловых полей Земли из электронной коллекции GLOBAL-Field.

5.8. Тепловое радиоизлучение биологических объектов

В конце 70-х гг. прошлого века стали разрабатываться методы измерения температуры внутри тела человека по интенсивности теплового радиоизлучения [119—120].

Известно, что многие заболевания сопровождаются местным изменением температуры пораженных участков внутри тела человека (или животных) вследствие воспалительных процессов или новообразований. Измерения внутренней температуры открывают новые возможности в диагностике заболеваний и локализации их очагов внутри организма.

Микроволновая радиотермометрия основана на измерении слабого электромагнитного излучения тканей человека. Прием излучения тканей в микроволновом диапазоне позволяет неинвазивно (от лат. *invasion* — внедрение, проникновение), т. е. с помощью методик, не повреждающих кожные покровы или слизистые оболочки, выявлять

тепловые изменения на глубине до 7 см. Сегодня научные центры по развитию микроволновой радиотермометрии (РТМ-методов) существуют в большинстве индустриально развитых стран. Наибольший опыт применения РТМ-методов накоплен в маммологии для выявления рака молочной железы, имеется опыт использования РТМ-технологий в неврологии, урологии, хирургии, ведутся научные исследования и в других направлениях [121–126, 130–131]. Сегодня метод глубинной радиотермометрии позволяет снять карту температур внутреннего органа с высокой точностью (до 0,05 градусов), однако этому предшествовал продолжительный период развития теории и практики применения РТМ-метода.

Непосредственное использование накопленного ранее опыта дистанционного радиотермического зондирования в радиоастрономии (а также при зондировании атмосферы и поверхности Земли) оказалось малоэффективным. Это было связано, прежде всего, со спецификой изучаемой биологической среды — ее многослойной структурой, которая вызывает переотражения между слоями и интерференцию излучения, а также сильным поглощением в биологических тканях [122, 126, 127, 131].

Тепловое радиоизлучение тела человека определяется слоем толщиной, приблизительно равной глубине проникновения соответствующей волны. Для любых тканей человека глубина проникновения h примерно равна длине волны в исследуемой ткани, т. е.

$$h = \lambda = \lambda_0 / \sqrt{\varepsilon} ,$$

где λ_0 — длина волны в вакууме, ε — диэлектрическая постоянная ткани.

Для жировой и костной ткани $\varepsilon \approx 6$, а $h \approx 0,5\lambda_0$, для мышечной ткани $\varepsilon \approx 50$ и $h \approx 0,15\lambda_0$ [121].

Разрешающая способность по поверхности определяется размерами антенны-зонда, оптимальный диаметр которой близок к длине волны в среде, т. е. $D \approx \lambda_0 / \sqrt{\varepsilon}$. Зона Френеля этой антенны в тканях составляет $2D^2 \sqrt{\varepsilon} / \lambda_0 \approx 2\lambda_0 / \sqrt{\varepsilon}$ (равна удвоенной глубине проникновения волны). Следовательно, практически сбор излучения идет из цилиндра ткани, имеющего основание D и высоту близкую к глубине проникновения. Отсюда видно, что применение линзовых антенн размером много больше длины волны в среде не дает фокусировки и увеличения разрешающей силы из-за большого поглощения крайних лучей по сравнению с центральными. Будет работать только центральная часть размером, равным фокусному расстоянию, которое должно составлять прибли-

зительно $h = \lambda_0 / \sqrt{\varepsilon}$ [121]. Первые применения радиометрии для измерения внутренней температуры были продемонстрированы в работе [119] (длина волны $\lambda_0 = 10$ см). Для использования метода измерения глубинных температур в медико-биологических исследованиях и в практике медицины необходимо измерение абсолютных температур с высокой точностью (погрешность $\pm 0,05$ К) [123, 125, 131].

Одна из существенных трудностей точного измерения температуры связана с существованием коэффициента отражения излучения на границе антенна — тело, сильно меняющегося в зависимости от места приложения антенны к телу. Ошибки возникают также в связи с тем, что антенна-зонд в принципе принимает не все излучение, идущее от тела, благодаря неизбежному наличию задних лепестков диаграммы антенны-зонда. В [122] приведено теоретическое и экспериментальное исследование, которое позволило сформулировать принципы и методы полного исключения указанных ошибок (ложных сигналов). В дальнейшем была разработана более совершенная радиометрическая аппаратура со специальными контактными антеннами, опробирован метод компенсации отражения с помощью подшумливания, выполнены модельные оценки профилей температуры по данным одноканальных измерений, рассмотрены погрешности калибровки при измерениях яркостной температуры [131].

В настоящее время различают дистанционное (радиотепловидение) и аппликаторное СВЧ тепловидение [124]. Первый метод обеспечивает определение глубинных интегральных температур при отсутствии контакта с объектом (аналогично ИК тепловидению). Наибольшее распространение получил аппликаторный способ, который реализуют с помощью приемников СВЧ излучения и накладных антенн-зондов (рупоров).

В зависимости от режимов калибровки, частотного диапазона и конструкции приемника излучения СВЧ тепловидение позволяет определить абсолютные и относительные температуры по глубине биологических объектов. С точки зрения томографии наиболее существенно, что глубина проникновения СВЧ излучения в биологические ткани зависит от его частоты. В России значительный объем исследований выполнен с использованием радиотермографа РТ-20, созданного в институте радиотехники и электроники (ИРЭ) РАН. В 1997 г. фирмой РЭС при Всероссийском институте радиотехники разработан компьютерный радиотермометр РТМ-01-РЭС. Данные приборы в комплексе со специализированными компьютерными программами обработ-

ки данных могут быть использованы в качестве теплового томографа для послойного зондирования биологических объектов [123].

Следует отметить, что восстановление профиля температуры на глубине нескольких сантиметров в биологической ткани представляет собой типичную обратную задачу (восстановление профиля температуры по измеренным характеристикам радиоизлучения). Методики решения такого рода обратных задач, сформулированных математической школой А. Н. Тихонова (основанные на идеях некорректных обратных задач), изложены в работах [122, 127, 128]. Получено решение задачи о тепловом излучении полупространства с многослойной диэлектрической структурой [122], где связь яркостных температур с профилем температуры выражается интегральным уравнением Фредгольма 1-го рода. В работе [127] рассмотрен метод статистической регуляризации [128] для восстановления распределения температур тканей применительно к модели биологического объекта как плоскостойкой среды с учетом переотражений электромагнитного излучения на границах тканей. При этом излучательные характеристики такой системы определялись по тепловым потерям электромагнитной волны в биологическом объекте с учетом известных данных об электрофизических свойствах тканей.

При решении некорректной задачи эффективность конкретного алгоритма может быть установлена только путем численного эксперимента. Такого рода численные эксперименты для разработанных алгоритмов были проведены в работе [122]. Полученные результаты позволили установить информативный диапазон длин волн, а также требования к уровню точности измерений и необходимому числу частотных каналов для различных распределений температуры по глубине тканей $T(z)$, отличающихся степенью сложности, характерной толщиной и величиной перепада температуры.

Численные эксперименты выполнялись по следующей схеме. Для модельных профилей $T(z)$ вычислялись значения интегральных температур $T_{\text{и}}$ на различных длинах волн. На эти значения при помощи генератора случайных чисел набрасывалась нормально распределенная погрешность с нулевым средним и заданной дисперсией. Полученные таким образом «измерения» интегральных температур использовались далее для решения обратной задачи. Точность решения обратной задачи оценивалась путем сравнения восстановленного профиля температуры с исходным профилем $T(z)$.

Результаты численного моделирования для набора длин волн

$\lambda_i = 9, 30, 60$ см (именно такой набор был реализован в клинических экспериментах) представлены на рис. 5.6. Распределение температуры в тканях задавалось гауссовым профилем:

$$T(z) = T_0 + \Delta T \exp \left[- \left(\frac{z - z_m}{\Delta z} \right)^2 \right], \quad (5.5)$$

где z — текущее значение глубины, z_m — максимальное значение глубины, T_0 — температура при $z = 0$.

При решении обратной задачи использовалось ограничение $T(z) \geq T_0$, уровень моделируемой погрешности $\delta T_{\text{и}} = 0,1$ К. Видно, что при заданном уровне точности измерений форма профиля и положение его максимума хорошо восстанавливаются до глубины ~ 4 см. При дальнейшем увеличении глубины точность восстановления падает, поскольку вклад глубоких слоев в радиоизлучение быстро уменьшается.

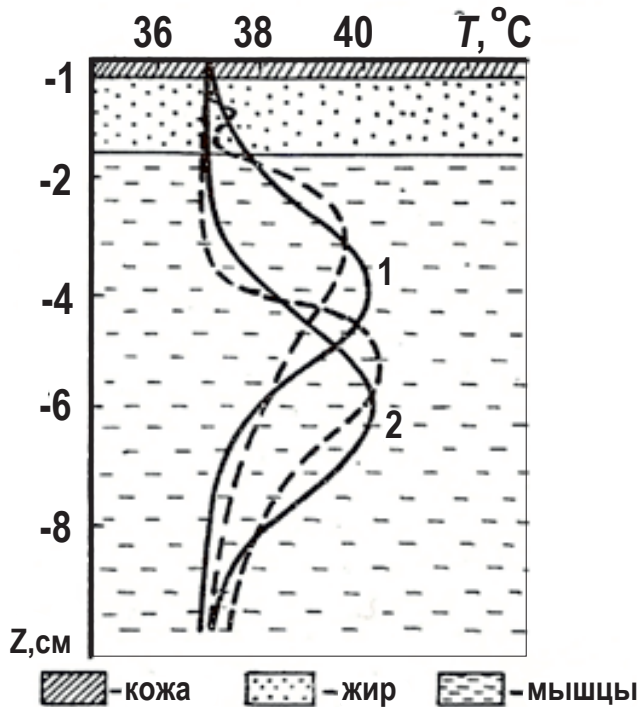


Рис. 5.6. Численное моделирование распределения температуры в тканях.

Сплошные кривые — исходные профили с глубинами максимумов:

$z_m = -4$ см (кривая 1); $z_m = -6$ см (кривая 2); $\Delta z = 2$ см, $\Delta T = 2$ К.

Пунктир — результаты восстановления при $\delta T_{\text{и}} = 0,1$ К

Высокая точность измерений может быть достигнута при измерениях контрастов интегральных температур в симметричных или близко расположенных участках тела. В этом случае использование невозмущенного профиля температуры здоровых тканей в качестве ограничения может быть очень эффективно для определения профиля возмущения, вносимого патологическим процессом.

Из расчетов [122] следует, что при решении обратной задачи допустимы погрешности $\sim 10\%$ для диэлектрических параметров тканей. Погрешность определения толщин слоев должна быть много меньше длины волны в тканях. Экспериментальные исследования [123] выполнялись в условиях радиофизической лаборатории онкологической клиники. Для измерений использовалась радиотермометрическая система, включающая три радиометрических приемника на длинах волн 9, 60 и 30 см. Флуктуационный порог чувствительности радиометров был не хуже 0,05 К при постоянной времени 1 с. При калибровке в качестве эталонов излучения использовалось излучение соленой воды при постоянных температурах, близких к измеряемым.

На рис. 5.7 представлены результаты восстановления по радиометрическим данным глубинного распределения температуры при наличии опухолевых процессов. Одновременно выполнялись контактные измерения температуры на поверхности кожи и на глубине 1,5 см с помощью вводимого иглой датчика.

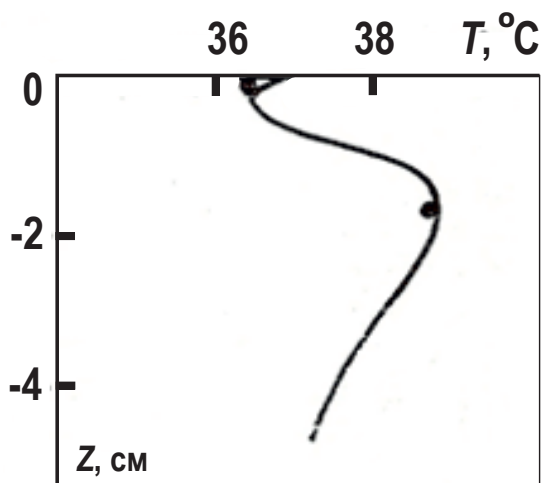


Рис. 5.7. Результаты восстановления по данным 3-канальных измерений в эксперименте. Структура ткани: кожа — 1 мм, далее молочная железа (жир, перетяжки) с опухолью. Сплошная кривая — восстановленный профиль $T(z)$, кружки — данные контактных измерений

Для случая, представленного на рис. 5.7, максимальная температура по результатам восстановления достигла $35,2^{\circ}\text{C}$ на глубине 1,5 см, что практически совпадало с данными прямых измерений.

Другим важным применением радиометрического зондирования может стать контроль за степенью нагрева тканей при лечении опухолей методом СВЧ гипертермии. Результаты восстановления профилей температуры до и после облучения опухоли представлены на рис. 5.8. Опухоль облучалась гипертермической системой на частоте 915 МГц при мощностях излучения до 100 Вт. Поверхность кожи охлаждалась циркулирующей водой с постоянной температурой, поэтому температура кожи одинакова до и после сеанса облучения. Видно, как в результате облучения температура тканей повышается на несколько градусов. Небольшое повышение температуры до проведения гипертермии связано с процессами в опухоли.

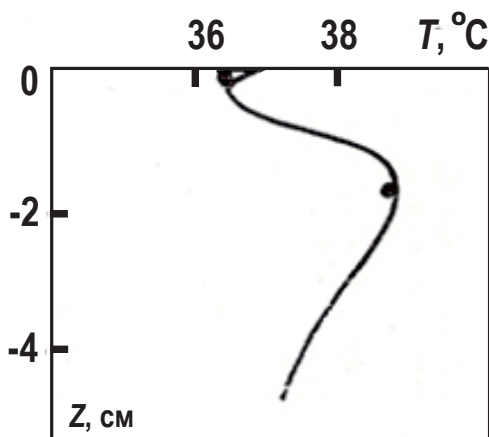


Рис. 5.8. Восстановление профилей $T(z)$ по радиометрическим данным до (кривая 1) и после (кривая 2) сеанса СВЧ гипертермии. Структура ткани: кожа — 1 мм, опухоль — 1 см, мышцы. Кружки — данные контактных измерений

Приведенные результаты показывают возможности диагностического исследования и контроля опухолевых и воспалительных процессов, приводящих к локальным изменениям температуры.

Таким образом, можно сказать, что уже сформировалось самостоятельное направление радиотермометрии, основанное на исследовании теплового радиоизлучения (собственных радиошумов) биологических объектов и, в первую очередь, различных систем и органов тела человека.

Измеряя интенсивность теплового радиоизлучения сантиметрового и дециметрового диапазонов, можно узнать температуру на некоторой глубине внутри тела. Эта глубина определяется электрическими свойствами среды — ее диэлектрической постоянной и проводимостью. Исследования различных тканей на сверхвысоких частотах, проведенные в ряде стран в последнее время, показали, что по электромагнитным свойствам ткани резко делятся на две группы. Первая — с большими значениями диэлектрической постоянной (60–80) и сильным затуханием электромагнитных волн; вторая — с малыми значениями диэлектрической постоянной (5–6) и с существенно меньшим затуханием волн. К первой группе относятся богатые водой мышечные ткани, мозг, кровь, которые на волнах короче 70 см ведут себя как диэлектрики, а на более длинных — как полупроводники, ко второй — бедные водой жировые и костные ткани, для которых граница аналогичных свойств находится на волне 150 см. Следовательно, используя в «радиотермометре» сразу несколько частот, получаем значения температуры тела на разных глубинах, начиная с кожного покрова. Отметим, что в хорошо разработанном методе дистанционного измерения температуры человеческого тела по его излучению в ИК-диапазоне длин волн (тепловидение) определяется так называемая яркостная температура кожи (эти волны, длина которых порядка 10 мкм, приходят из тонкого кожного слоя толщиной не более 0,1 мм). Поэтому тепловидение (инфракрасная термография) может дать топографическое представление о поверхностной температуре тела, слабо связанной с температурой внутренних органов.

Новое направление медико-биологических исследований, основанное на изучении собственного радиоизлучения и радиошумов биологических объектов, открывает новый путь исследования живых систем. Проведенные исследования показали большие диагностические возможности метода. Несомненна также перспективность использования радиотермометра в биофизических исследованиях, например, для изучения энергетических процессов в организме.

СПИСОК БИБЛИОГРАФИЧЕСКИХ ССЫЛОК

1. Цветков Ф. Ф., Григорьев Б. А. Тепломассообмен : учебное пособие для вузов. — М : Издательство МЭИ, 2005. — 550 с.
2. Магунов А. Н. Лазерная термометрия твердых тел. — М. : Физматлит, 2001. — 224 с.
3. Температурные измерения : справочник / О. А. Геращенко [и др.]. — Киев : Наукова Думка, 1984. — 494 с.
4. Кулаков М. В., Макаров Б. И. Измерение температуры поверхности твердых тел. — М. : Энергия, 1979. — 142 с.
5. Anderson R. L. Review of temperature measurements in the semiconductor industry // Proc. SPIE. 1991. V. 1392. — Pp. 437–451.
6. Martin L. G., Holanda R. Applications of thin-film thermocouples for surface temperature measurement // Proc. SPIE. — 1994. — V. 2270. — Pp. 65–76.
7. A study of target heating in low-energy ion-beam processing / S. A. Ringel, X. C. Ми, S. J. Fonash, S. Ashok // J. Vac. Sci. Technol. A. — 1986. — V. 4, — № 5. — Pp. 2385–2388.
8. Гордов А. Н. Основы пирометрии. — М. : Металлургия, 1971. — 448 с.
9. Бусурин В. И., Носов Ю. Р. Волоконно-оптические датчики : физические основы, вопросы расчета и применения. — М. : Энергоатомиздат, 1990. — 254 с.
10. Волоконно-оптические датчики / под ред. Т. Окоси. — Л. : Энергоатомиздат, 1990. — 255 с.

11. Магунов А. Н. Лазерная термометрия твердых тел в плазме // Приборы и техника эксперимента. 2000. № 2. — С. 3–28.
12. Schuster G., Hechtfisher D., Fellmuth B. Thermometry below 1 K // Rep. Prog. Phys. — 1994. — V. 57. — Pp. 187–230.
13. Савватеев А. В. Шумовая термометрия. — Л. : Энергоатомиздат, 1987. С. — 132 с.
14. Пятницкий Л. Н. Лазерная диагностика плазмы. — М. : Атомиздат, 1976. — 424 с.
15. Childs P. R. N., Greenwood J. R., Long C. A. Review of temperature measurement // Rev. Sci. Instrum. — 2000. — V. 71, № 8. — Pp. 2959–2978.
16. Воздействие мощного лазерного излучения на поверхность полупроводников и металлов : Нелинейно-оптические эффекты и нелинейно-оптическая диагностика / С. А. Ахманов, В. И. Емельянов, Н. И. Коротеев, В. Н. Семипогов // УФН. — 1985. — Т. 147, вып. 4. — С. 675–745.
17. Скворцов Л. А., Кириллов В. М. Термографическая система с лазерным сканирующим устройством // Квантовая электроника. — 2007. — № 11 (37) — С. 1076–1080.
18. Grattan K. T. V., Palmer A. W. Infrared fluorescence “decay-time” temperature sensor // Rev. Sci. Instrum. — 1985. — V. 56, № 9. — Pp. 1784–1787.
19. Жидкокристаллические термоиндикаторы [Электронный ресурс]. URL: <http://itam.nsc.ru/applications/zharkova.html> (дата обращения : 25.09.2015).
20. Информационный портал [сайт]. URL: <http://www.temperatures.ru> / (дата обращения : 15.09.2015).
21. Световодные датчики / Б. А. Красюк [и др.]. — М. : Машиностроение, 1990. — 252 с.
22. Дианов Е. М. Волоконная оптика : От систем связи к нервным системам // Вестник Российской академии наук. — 2007. — Т. 77, № 8. — С. 714–718.
23. Волоконно-оптические технологии, устройства, датчики и системы / Ю. В. Гуляев, С. А. Никитов, В. Т. Потапов, Ю. К. Чаморовский // Спецвыпуск «Фотон-экспресс». — М. : Наука. — 2005. — № 6. — С. 114–127.
24. Leakage detection using fiber optics distributed temperature monitoring / M. Nikles, B. H. Vogel, F. Briffod, S. Grosswing,

- F. Sauser, S. Luebbecke, A. Bals // Proc. SPIE. — 2004. — V. 5384. — Pp. 18–25.
25. Ракович Н. Тепло или холодно? Цифровые термометры DallasSemiconductor // Компоненты и технологии. — 2002. — № 25. — С. 84–88.
26. Гнездов Е. Н. Мониторинг температурного поля в сушилке керамических изделий с помощью миниатюрных регистраторов температуры // Огнеупоры и техническая керамика. — 2009. — № 7–8. — С. 60–64.
27. Сахаров М. К. Использование реперных точек на основе металлоуглеродных эвтектических сплавов для повышения точности измерений в области температур выше 1357,77 К // Измерительная техника. — 2007. — № 2. — С. 51–54.
28. Термометры со встроенным калибратором для измерения температуры на электростанциях / Ф. Бернхард, Д. Богун, С. Августин, Х. Маммен, А. Донин // Приборы. — 2004. — № 9. — С. 20–25.
29. Николаенко В. А., Карпухин В. И. Измерение температуры с помощью облученных материалов. — М. : Энергоатомиздат, 1986. — 120 с.
30. Об измерениях температуры поверхности материалов, нагреваемых потоком плазмы / В. И. Власов, Г. Н. Залогин, Б. А. Землянский, А. Л. Кусов, Н. Ф. Рудин, В. П. Тимошенко // Физико-химическая кинетика в газовой динамике. — 2008. — Т. 6. — С. 1–32. URL: [www.chemphys.edu.ru / pdf / 2008-08-11-001.pdf](http://www.chemphys.edu.ru/pdf/2008-08-11-001.pdf) (дата обращения : 02.07.2015).
31. Паздрий И. П., Прохоренко С. В., Прохоренко В. Я. Особенности использования жидкометаллических сенсоров температуры // Приборы. — 2005. — № 6. — С. 28–32.
32. Скрипов В. П. Метастабильная жидкость. — М. : Наука, 1972. — 240 с.
33. Павлов П. А. Динамика вскипания сильно перегретых жидкостей. — Свердловск : УрО РАН, 1988. — 243 с.
34. Программируемое устройство для опытов с перегретым зондом в импульсных режимах / С. Н. Васильев, Д. В. Волосников, П. В. Скрипов, А. А. Старостин, А. В. Шишкин // Приборы и техника эксперимента. — 2004. — № 4. — С. 130–135.
35. Экспериментальное исследование теплообмена в термонеустойчивых полимерных системах / Д. В. Волосников, В. П. Ефремов,

- П. В. Скрипов, А. А. Старостин, А. В. Шишкин // Теплофизика высоких температур. — 2006. — Т. 44, № 3. — С. 465–471.
36. Автоматизированный лазерный термометр для исследований плазменных процессов микротехнологии / А. В. Постников, И. Н. Косолапов, А. Н. Куприянов, И. И. Амиров, А. Н. Магуннов // Приборы и техника эксперимента. — 2008. — № 2. — С. 173.
37. Бояршинов Б. Ф., Федоров С. Ю. Измерение методом ЛИФ температуры и концентрации радикала ОН при горении водорода и этанола // Физика горения и взрыва. — 2004. — Т. 40, № 5. — С. 16–20.
38. Быковский Ю. А., Конюхов И. Ю., Пекленков В. Д. Скачок потенциала на лазерной мишени // Квант. Электроника. — 2001. — 31 (1). — С. 45–49.
39. Сверхзвуковое обтекание тела неравновесной газоразрядной плазмой / Т. А. Лапушкина, А. В. Ерофеев, С. А. Поняев, С. В. Бобашев // ЖТФ. — 2009. — Т. 79, № 6. — С. 78–86.
40. Измерение яркостной температуры детонационного фронта в пористом взрывчатом веществе / М. Д. Тарасов, И. И. Карпенко, В. А. Судовцов, А. И. Толшмяков // Физика горения и взрыва. — 2007. — Т. 43, № 4. — С. 108–110.
41. Коробенко В. Н., Савватимский А. И. Удельное электросопротивление жидкого углерода // ТВТ. — 1998. — Т. 36, № 5. — С. 725–731.
42. Савватимский А. И. Плавление графита и жидкий углерод // УФН. — 2003. — Т. 173, № 12. — С. 1371–1379.
43. Чеховской В. Я., Пелецкий В. Э. Проблемы измерения температуры проводников, нагреваемых импульсом электрического тока // ТВТ. — 2009. — Т. 47, № 3. — С. 371–378.
44. Карачинов В. А., Ильин С. В., Торицин С. Б. Лазерно-телевизионная система исследования конвективных потоков // Вестник Новгородского госуниверситета. — 2003. — № 23. — С. 86–91.
45. Алексеев М. М., Самсонов В. П. Метод цифровой фотометрии в исследовании структуры вихревого пламени // Письма в ЖТФ. — 2007. — Т. 33, Вып. 11. — С. 34–39.
46. Пирометрический измерительный комплекс для стационарного контроля пылеугольной топки / А. Боровский, Л. Герасимов, С. Дружинин, Д. Мядзелец, А. Сидоренков, В. Филиппов // СТА. — 2000. — № 4. — С. 70–77.

47. Тепловизионная идентификация турбулентных структур в газовых потоках / Б. П. Жилкин, Н. С. Зайков, А. Ю. Кисельников, В. Ю. Миренский, П. Ю. Худяков // Приборы и техника эксперимента. — 2010. — № 1. — С. 155–158.
48. О применении тепловизионного сканирования с целью управления топочными процессами / Н. Н. Акифьева, Б. П. Жилкин, Н. С. Зайков, А. Ю. Кисельников, В. Ю. Миренский // Автоматизация в промышленности. — 2009. — № 7. — С. 20–24.
49. О применении видео- и тепловизионного контроля для управления топочными процессами в энергетических котлах / Д. Джордж, Н. С. Зайков, А. Ю. Кисельников, П. Ю. Худяков // Электрические станции. — 2012. № 10. С. 34–35.
50. Особенности изменения термической структуры газовых импактных струй / Б. П. Жилкин, Н. С. Зайков, А. Ю. Кисельников, П. Ю. Худяков // Механика жидкости и газа. — 2013. — № 2. — С. 104–111.
51. Структурная диагностика факела в реальном времени как основа создания современных систем управления / П. Ю. Худяков, И. А. Берг, Н. А. Мелкозеров, Б. П. Жилкин // Сборник докладов VIII международной научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «ЭНЕРГИЯ-2013» (24–25 апреля 2013 г.). — Иваново : ИГЭУ, 2013. — С. 191–195.
52. Особенности термомеханического взаимодействия встречных газовых струй / Д. Джордж, П. Ю. Худяков, И. А. Берг, Б. П. Жилкин // Современные проблемы науки и образования. — 2014. № 2. — URL: www.science-education.ru / 116–12978 (дата обращения: 10.08.2016)
53. Хвостанцев Л. Г. Явления переноса и фазовые превращения в металлах и полупроводниках при гидростатическом давлении до 10 ГПа и высоких температурах : дис. ... д-ра физ.-мат. наук. — Троицк, 1989. — 420 с.
54. Бриджмен П. В. Физика высоких давлений. — М. : ОНТИ, 1935. — 398 с.
55. Современная техника сверхвысоких давлений / Под ред. Е. Г. Понятовского. — М. : Мир, 1964. — 366 с.
56. Jayaraman A. Ultrahigh pressures // Rev. Sci. Instrum. — 1986. — V. 57, № 6. — P. 1013–1031.
57. Щанов М. Ф., Субботин С. И. Калибровка высокого давления в камерах по сдвигу R_1 -линии люминесценции рубина в интер-

- вале температур 80–550 К // Приборы и техника эксперимента. — 1977. — № 4. — С. 246–248.
58. Holzapfel W. B., Noack R. A. Calibration of the ruby-pressure scale at low temperatures // High Pressure Science and Technology. — 1979. — V. 1. — P. 748.
59. Boehler R. Melting and thermal expansion of iron in uniformly laser-heated diamond anvil cells // High Pressure Research. — 1990. — V. 5. — P. 702–704.
60. Heinz D. L., Jeanloz R. Temperature measurements in the laser-heated diamond cell // High-Pressure Research in Geophysics and Geochemistry. — 1986. — № 3. — P. 2–31.
61. Свет Д. Я. Оптические методы измерения истинных температур. — М. : Наука, 1982. — 296 с.
62. Кириллов В. М., Скворцов Л. А. Применение метода двухцветной пирометрии для измерения температуры поверхности тела при ее активации импульсным лазерным излучением // Квантовая электроника. — 2006 — Т. 36, № 8. — С. 797–800.
63. Градуировка аппаратов высокого давления типа наковальни с углублением по полиморфным превращениям в железе и кобальте / Г. В. Чипенко, И. С. Белоусов, О. А. Заневский, С. А. Иващенко // Физ. и техн. выс. давлений. — 1988. — Т. 29. — С. 60–62.
64. Старостин А. А. Разработка средств теплофизических измерений для исследований в области высоких давлений и температур.: дис. ... канд. физ.-мат. наук. — Екатеринбург, 2000. — 140 с.
65. Lee J., Kotov N. A. Thermometer design at the nanoscale // Nano Today. — 2007. — V. 2, № 1. — P. 48–51.
66. Wang C. Y., Gong N. W., Chen L. J. High-Sensitivity Solid-State Pb (Core)/ZnO (Shell) Nanothermometers Fabricated by a Facile Galvanic Displacement Method // Advanced Materials. — 2008. — V. 20, № 24. — Pp. 4789–4792.
67. Au (Si)-filled β -Ga₂O₃ nanotubes as wide range high temperature nanothermometers / N. W. Gong, M. Y. Lu, C. Y. Wang, Y. Chen, L. J. Chen // Appl. Phys. Lett. — 2008. — V. 92, № 7. — P. 073101-1–073101-3.
68. Temperature Sensing Using Fluorescent Nanothermometers / F. Vetrone [et al.] // ACS Nano. — 2010. — № 4(6). pp. 3254–3258. — URL: http://www.nanometer.ru/2010/05/31/12753267737627_214176.html#

69. Разработка бесконтактных методов прямого измерения температуры наночастиц активного компонента в функционирующих нанесенных катализаторах / Л. М. Плясова, В. В. Аверьянов, Е. А. Паукштис, Т. А. Кригер, А. А. Хасин, В. Н. Пармон // Кинетика и катализ. — 2005. — Т 46, № 2. — С. 302–315.
70. Окрепилов В. В. Словарь терминов и определений по стандартизации и метрологии в области нанотехнологий. — СПб. : Наука, 2008. — 210 с.
71. Российская метрологическая энциклопедия / гл. редактор Ю. В. Тарбеев. — СПб. : Лики России, 2001. — 834 с.
72. Pauli H. Atom, Molecule and cluster Beams. Vol. 2: Cluster Beams, Fast and Slow Beams, Accessory Equipment and Applications. — Berlin: Springer, 2000. 376 p. (Springer Series on Atomic, Optical and Plasma Physics, Vol. 32).
73. Макаров Г. Н. Кластерная температура. Методы ее измерения и стабилизации // УФН. — 2008. — Т. 178, № 4. — С. 337–376.
74. Макаров Г. Н. Экспериментальные методы измерения температуры и теплоты плавления кластеров и наночастиц // УФН. — 2010. — Т. 180, № 2. — С. 185–207.
75. Rotationally Resolved Spectroscopy of SF... in Liquid Helium Clusters: A Molecular Probe of Cluster Temperature / M. Hartmann [et al.] // Phys. Rev. Lett. — 1995. — Vol. 75, № 8. — Pp. 1566–1569.
76. Grebenev S., Toennies J. P., Vilesov A. F. Superfluidity Within a Small Helium-4 Cluster: The Microscopic Andronikashvili Experiment // Science. — 1998. — Vol. 279. — Pp. 2083–2086.
77. Макаров Г. Н., Петин А. Н. Измерение температуры наночастиц $(\text{CO}_2)_N$ в кластерном пучке с помощью молекул SF_6 , используемых в качестве миниатюрных зондов-термометров // ЖЭТФ. — 2010. — Т. 137, Вып. 4. — С. 646–655.
78. Френкель А. И. Кинетическая теория жидкостей. — Л. : Изд-во Наука, Ленингр. отд. 1975. — 592 с.
79. Берри Р. С., Смирнов Б. М. Фазовые переходы и сопутствующие явления в простых системах связанных атомов // УФН. — 2005. — Т. 175, № 4. — С. 367–411.
80. Скребцов А. М. Температура полного распада кластеров металлического расплава. Каково ее значение? // Известия вузов. Черная металлургия. — 2009. — № 2. — С. 28–32.

81. Методика измерения температуры плавления нанокластеров золота на поверхности подложки / П. В. Борисюк, В. Д. Борман, П. А. Красовский, М. А. Пушкин, В. Н. Тронин, В. И. Троян // Измерительная техника. — 2010. — № 2. — С. 11–14.
82. Takagi B. M. Electron-Diffraction Study of Liquid-Solid Transition of Thin Metal Films // J. Phys. Soc. Jpn. — 1954. — Vol. 9. № 3. — Pp. 359–363.
83. Garrigos R., Cheyssac P., Kofman R. Melting for Lead Particles of Very Small Sizes; Influence of Surface Phenomena // Z. Phys. D. — 1989. — № 12. — Pp. 497–500.
84. Size-Dependent Melting Properties of Small Tin Particles: Nanocalorimetric Measurements / S. L. Lai [et al.] // Phys. Rev. Lett. — 1996. — Vol. 77, № 1. — Pp. 99–102.
85. Size effect on the melting temperature of gold particles / Ph. Buffat, J.-P. Borel // Phys. Rev. 1976. V. A 13. — P. 2287.
86. Castro T., Reifengerger R. Size-dependent melting temperature of individual nanometer-sized metallic clusters // Phys. Rev. — 1990. — V. B 42. — P. 8548.
87. Ковшов А. Н., Назаров Ю. Ф., Ибрагимов И. М. Основы нанотехнологии в технике. — М. : Издательский центр «Академия», 2009. — 240 с.
88. Инженерные основы теплового контроля. Опыт практического применения : монография / З. Г. Салихов, О. Н. Будадин, Е. Н. Ишметьев, А. П. Щетинин, Т. Е. Троицкий-Марков, Е. В. Абрамова. — М. : ИД МИСиС, 2008. — 476 с.
89. Сергеев С. С. Оценка величины погрешностей, возникающих при проведении тепловизионных и пирометрических измерений температуры // Приборы. — 2005. — № 9. — С. 44.
90. Магунов А. Н. Спектральная пирометрия. — М. : ФИЗМАТЛИТ, 2012. — 248 с.
91. Магунов А. Н. Новые технологии и температурные измерения // Мир измерений. — 2014. — № 6. — С. 3–8.
92. Магунов А. Н. Выбор спектрального интервала, в котором нагретый непрозрачный объект излучает как серое тело // Приборы и техника эксперимента. — 2010. — № 6. — С. 148–152.
93. Магунов А. Н., Лапшинов Б. А., Суворинов А. В. Разработка приборов для измерения температуры объектов с неизвестной излучательной способностью // Инновации. — 2015. — № 4. — С. 111–114.

94. Бодров В. Н., Казаков В. А. О возможности измерения пространственного распределения термодинамической температуры объектов при неизвестной излучательной способности поверхности // Приборы. — 2015. — № 8. — С. 20–27.
95. Бодров В. Н., Бесчастный М. А. К определению высоких значений термодинамической температуры в условиях плазменных помех и отсутствия реперных точек // Приборы. — 2015. — № 8. — С. 28–33.
96. Соломатов Д. В. Программные средства температурного зондирования земной поверхности с помощью RTM-метода // Известия Томского политехнического университета. — 2009. — Т. 315, № 5. — С. 33–38.
97. Соловьев В. И., Успенский А. Б. Современное состояние и перспективы развития дистанционных методов определения температуры поверхности океана из космоса // Исследование Земли из космоса. — 1998. — № 1. — С. 102–112.
98. Соловьев В. И., Успенский А. Б. Мониторинг температуры поверхности суши по данным геостационарных метеорологических спутников нового поколения // Исследование Земли из космоса. — 2009. — № 3. — С. 79–89.
99. Успенский А. Б., Троценко А. Н., Рублев А. Н. Проблемы и перспективы анализа и использования данных спутниковых ИК-зондировщиков высокого спектрального разрешения // Исследование Земли из космоса. — 2005. — № 5. — С. 18–33.
100. Беляев Б. И., Катковский Л. В. Оптическое дистанционное зондирование. — Минск, 2006. — 455 с.
101. Крапивин В. Ф., Потапов И. И. Методы экоинформатики // под редакцией Ю. М. Арского. — М. : ВИНТИ РАН, 2002. — 500 с.
102. Радиофизические методы и средства для исследования окружающей среды в миллиметровом диапазоне: сб. науч. тр. АН УССР / Институт радиофизики и электроники; редколлегия: В. П. Шестопалов (отв. ред.) [и др.]. — Киев : Наукова Думка, 1988. — 188 с.
103. Проблемы экоинформатики: материалы шестого международного симпозиума. — М.: ИРЭ РАН, 2004. — 204 с.
104. Арманд Н. А., Гранков А. Г., Мильшин А. А. Состояние и перспективы развития спутниковой СВЧ-радиометрии L-, P-диапазона // Труды Российского научно-технического обще-

- ства радиотехники, электроники и связи имени А. С. Попова. — Серия: Инженерная экология. — М., 2009. — Вып. V. — С. 5–8.
105. Бородин Л. Ф., Миронов А. С. Исследования торфяных и лесных пожаров, лесоболотных комплексов с борта самолетных СВЧ-радиометрических лабораторий // Труды Российского научно-технического общества радиотехники, электроники и связи имени А. С. Попова. Серия : Инженерная экология. — М., 2007. Вып. IV. — С. 52–55.
106. Астафьева Н. Н., Раев М. Д. Методика изучения радиотеплового поля Земли и распределения влагозапаса тропосферы // Исследование Земли из космоса. — 2009. — № 6. — С. 16–23.
107. Жагулло О. М. Основные термины в области температурных измерений: словарь-справочник / под редакцией А. Н. Гордова. — М. : Издательство стандартов, 1992. — 94 с.
108. Андреев Г. А. Тепловое излучение миллиметровых волн земными покровами // Зарубежная радиоэлектроника. — 1982. — № 12. — С. 3–39.
109. Арманд Н. А., Крапивин В. Ф., Мкртчян Ф. А. Методы обработки данных радиофизического исследования окружающей среды. — М. : Наука, 1987. — 272 с.
110. Шутко А. М. СВЧ-радиометрия водной поверхности и почвогрунтов / А. М. Шутко. — М. : Наука, 1986. — 190 с.
111. Климов В. В. Об одном подходе к решению радиометрических задач // Труды Российского научно-технического общества радиотехники, электроники и связи имени А. С. Попова. Серия: Инженерная экология. — М., 2009. — Вып. V. — С. 169–176.
112. Башаринов А. Е., Гуревич А. С., Егоров С. Т. Радиоизлучение Земли как планеты. — М. : Наука, 1974. — 188 с.
113. Исследование природной среды космическими средствами. Геоботаника, почвоведение, гидрология. Т. 3 / под ред. А. Е. Башаринова. — М. : АН СССР, Комиссия по исследованию природных ресурсов с помощью космических средств, 1974. — 196 с.
114. Бородин Л. Ф., Валендик Э. Н., Миронов А. С. СВЧ-радиометрические методы и проблемы лесных и торфяных пожаров // Радиотехника и электроника. — 1978. — Т. 23, № 10. — С. 2120–2131.

115. Классификатор тематических задач оценки природных ресурсов и окружающей среды, решаемых с использованием материалов дистанционного зондирования Земли // Земля из космоса: Наиболее эффективные решения. — 2009. — Вып. 1. — С. 40–46.
116. Шило С. А., Яцевич С. Е. Экспериментальные исследования радиоизлучательных характеристик растительного покрова в восьмиметровом диапазоне волн // Радиометрические методы и средства для исследований окружающей среды в миллиметровом диапазоне: сб. науч. тр. — Киев : Наукова Думка, 1988. — С. 31–38.
117. Гайкович К. П., Резник А. Н., Троицкий Р. В. Радиометрический метод определения подповерхностного профиля температуры и глубины промерзания грунта // Изв. вузов. Радиофизика. — 1989. — Т. 32, № 12. — С. 1467–1474.
118. Малышенко Ю. И., Беспечный С. В. О влиянии снежного покрова на радиотепловое излучение многолетнего морского льда на волне 8 мм по результатам наледных измерений в восточной части Арктического бассейна // Радиометрические методы и средства для исследования окружающей среды в миллиметровом диапазоне: сб. науч. тр. — Киев : Наукова Думка, 1988. — С. 3–8.
119. Barrett A., Myers P. S., Sadowsky N. L. Microwave thermography application to the electron of breast cancer // Radio Science. — 1977. — V.12, № 6. — P. 167–171.
120. Троицкий В. С. К теории контактных радиометрических измерений внутренней температуры тел // Изв. вузов. Радиофизика. — 1981. — Т. 24, № 9. — С. 1054–1058.
121. О возможности использования собственного теплового СВЧ радиоизлучения тела человека для измерения температуры его внутренних органов: результаты и перспективы / В. С. Троицкий, А. В. Густов, И. Ф. Белов, В. М. Плечков, В. П. Горбачев, Л. К. Сизьмина // УФН. — 1981. — Т. 34, № 1. — С. 155–158.
122. Гайкович К. П., Сумин М. И., Троицкий Р. В. Определение глубинного профиля температуры методом многочастотной радиотермографии в медицинских приложениях // Изв. вузов. Радиофизика. — 1988. — Т. 31, № 9. — С. 1104–1111.
123. Веснин С. Г. Микроволновая радиотермия — национальное достояние России // Здравоохранение. — 2007. — № 9. — С. 159–164.

124. Вавилов В. П. Динамическая тепловая томография (обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. — 2006. — Т. 72, № 3. — С. 26–36.
125. Шабельникова В. Операция: до и после // Будь здоров. — 2005. — № 1. — С. 66–72.
126. Альтшуллер Г. М., Вакс В. Л., Гайкович К. П. СВЧ сканирование подповерхностной структуры живых тканей // Микросистемная техника. — 2004. — № 4. — С. 39–41.
127. Винокурова С. И. Использование метода статистической регуляризации для восстановления температурного профиля в биологических тканях // сб. трудов Всесоюзной конференции: Методические вопросы определения температуры биологических объектов радиофизическими методами. — М. : ИРЭАН СССР, 1985. — С. 79.
128. Турчин В. Ф., Козлов В. П., Малкевич М. С. Использование методов математической статистики для решения некорректных задач // УФН. — 1970. — Т. 102, Вып. 3. — С. 345–386.
129. Гайкович К. П., Сумин М. И., Троицкий Р. В. Определение глубинного профиля температуры методом многочастотной радиотермографии в медицинских приложениях // Известия высших учебных заведений. — 1988. — Т. 31, № 9. — С. 1104–1111.
130. Годик Э. Э., Гуляев Ю. В. Человек «глазами радиофизики» // Радиотехника. — 1991. — № 8. — С. 51–62.
131. Филатов А. В., Леханов, А. Г., Убайчин А. Б. Микроволновый радиотермометр для измерения глубинных температур биологических объектов неинвазивным методом // Измерительная техника. — 2015. — № 4. — С. 50–54.
132. Шипунов А. Г., Семашкин Е. Н. Дальность действия, всесуточность и всепогодность телевизионных и тепловизионных приборов наблюдения. — М. : Машиностроение, 2011. — 218 с.
133. Шипунов А. Г., Семашкин Е. Н. Всепогодность радиолокационных и тепловизионных каналов наведения комплексов ПВО. — М. : Машиностроение, 2013. — 280 с.
134. Ходунков В. П. Термометрия и инфракрасная радиометрия многофазных и многообъектных систем. — СПб. : Политехника, 2013. — 259 с.
135. Шлеймович Е. М., Медведев И. Ю. Температура и методы ее измерения: учебное пособие. — Екатеринбург : УГТУ-УПИ, 2003. — 170 с.

136. Шлеймович Е. М., Лисиенко В. Г. Термоэлектрические преобразователи для измерения температуры : учебное пособие. — Екатеринбург : Изд-во УГТУ-УПИ, 2007. — 114 с.
137. Температура: теория, практика, эксперимент : справочное издание. Т. 1. Кн. 2. Методы контроля температуры / В. Г. Лисиенко, Е. М. Шлеймович, М. Г. Ладыгичев, С. П. Санников, Я. М. Щелоков. — М.: Теплотехник, 2009. — 339 с.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	3
1. ПРОБЛЕМЫ И ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ СПЕЦИАЛЬНЫХ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ.....	5
1.1. Специализированные методы измерения температуры для научных исследований	10
2. КОНТАКТНЫЕ МЕТОДЫ	15
2.1. Методы на основе световодов	15
2.1.1. Волоконно-оптические точечные датчики	15
2.1.2. Распределенные оптоволоконные датчики.....	21
2.1.3. Пример распределенной системы для определения мест утечки в трубопроводах с помощью контроля температуры вдоль волоконно-оптического кабеля	25
2.2. Автономные мини-регистраторы температуры	30
2.2.1. Пример применения автономных мини-регистраторов для исследования процесса сушки керамических изделий	33
2.3. Реперные датчики.....	35
2.3.1. Реперные точки на основе металлоуглеродных эвтектических сплавов.....	35
2.3.2. Термоэлектрические преобразователи со встроенными калибраторами	38
2.4. Измерители максимальных температур	41
2.5. Быстродействующие зонды	46

2.5.1. Измерение температуры спонтанного вскипания жидкостей методом кратковременного нагрева	46
2.5.2. Измерение температуры терморазрушения полимеров методом быстродействующего зонда	52
3. БЕСКОНТАКТНЫЕ МЕТОДЫ.....	56
3.1. Лазерная термометрия.....	56
3.1.1. Автоматизированный лазерный термометр для исследования плазменных процессов микротехнологии	60
3.2. Измерение температуры пламени и плазмы	63
3.2.1. Метод лазерно-индуцированной флуоресценции	63
3.2.2. Измерение температуры лазерной плазмы с помощью скачка потенциала мишени.....	67
3.3. Методы измерения высоких импульсных температур	70
3.3.1. Измерение температуры детонационного фронта в пористом взрывчатом веществе.....	70
3.3.2. Измерение температуры при импульсном нагреве тугоплавких металлов и графита по излучению модели черного тела	73
3.3.3. Метод быстродействующего спектрального пирометра и излучательной способности поверхности	80
3.4. Методы визуализации температурных полей.....	83
3.4.1. Лазерно-телевизионная система исследования поля температур конвективных потоков	83
3.4.2. Визуализация структурно-динамических характеристик температурного поля в газовых потоках	86
3.5. Измерение температуры в аппаратах высокого давления	88
4. ИЗМЕРЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ МАЛОРАЗМЕРНЫХ ОБЪЕКТОВ.....	98
4.1. Измерение температуры наноструктур	98
4.1.1. Создание наноразмерных термометров.....	98
4.1.2. Методы измерения температуры наночастиц в функционирующих катализаторах	107
4.2. Измерение температуры кластеров.....	113
4.2.1. Кластеры	113
4.2.2. Кластерная температура.....	115

4.2.3. Измерение температуры кластеров по спектрам инфракрасного поглощения внедренных в них молекул	117
4.2.4. Измерение температуры кластеров с помощью молекул, используемых в качестве миниатюрных зондов-термометров....	119
4.2.5. Методы измерения температуры плавления кластеров....	121
5. РАДИОЯРКОСТНАЯ ТЕМПЕРАТУРА И СВЧ-РАДИОМЕТРИЯ	126
5.1. Характерные особенности радиофизических методов дистанционного зондирования	126
5.2. Возможности дистанционного зондирования Земли (ДЗЗ) в различных спектральных диапазонах электромагнитного излучения	129
5.3. Торфяные пожары и саморазогревание торфа.....	132
5.4. Лесные пожары.....	134
5.5. Гидрологический режим лесоболотных территорий и их пожарная опасность	136
5.6. Диагностика состояния растительных покровов	137
5.7. Идентификация морских льдов по измерениям радиояркой температуры.....	139
5.8. Тепловое радиоизлучение биологических объектов.....	143
СПИСОК БИБЛИОГРАФИЧЕСКИХ ССЫЛОК	151

Учебное издание

Старостин Александр Алексеевич
Шлеймович Евгений Меерович
Лисиенко Владимир Георгиевич

СПЕЦИАЛЬНЫЕ ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Редактор Н. П. Кубыщенко
Верстка Е. В. Ровнушкиной

Подписано в печать 27.09.2016. Формат 70×100 1/16.
Бумага писчая. Цифровая печать. Усл. печ. л. 13,55.
Уч.-изд. л. 7,6. Тираж 100 экз. Заказ 332.

Издательство Уральского университета
Редакционно-издательский отдел ИПЦ УрФУ
620049, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 5
Тел.: 8 (343) 375-48-25, 375-46-85, 374-19-41
E-mail: rio@urfu.ru

Отпечатано в Издательско-полиграфическом центре УрФУ
620075, Екатеринбург, ул. Тургенева, 4
Тел.: 8 (343) 350-56-64, 350-90-13
Факс: 8 (343) 358-93-06
E-mail: press-urfu@mail.ru



СТАРОСТИН АЛЕКСАНДР АЛЕКСЕЕВИЧ

Доцент кафедры «Автоматика» ИРИТ–РТФ УрФУ, канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр. Института теплофизики УрО РАН.

Автор более 60 научных и учебно-методических работ.

Область научных интересов – измерения в быстропротекающих процессах и автоматизация научных экспериментов.



ШЛЕЙМОВИЧ ЕВГЕНИЙ МЕЕРОВИЧ

Доцент кафедры «Автоматика» ИРИТ–РТФ УрФУ, канд. техн. наук, ст. науч. сотр. НИЦ проблем энергосбережения и автоматизации.

Автор более 70 научных и учебно-методических работ.

Область научных интересов – энергосбережение, средства автоматического измерения и контроля технологических параметров.



ЛИСИЕНКО ВЛАДИМИР ГЕОРГИЕВИЧ

Профессор кафедры «Автоматика» ИРИТ–РтФ УрФУ, д-р техн. наук.

Автор 1100 научных и учебно-методических работ.

Область научных интересов – энерготехнологии, автоматизация технологических процессов.